



**You have downloaded a document from
RE-BUS
repository of the University of Silesia in Katowice**

Title: Wysokotemperaturowe odkształcanie stopu na osnowie aluminidku żelaza

Author: Marcin Prewendowski

Citation style: Marcin Prewendowski. (2013). Wysokotemperaturowe odkształcanie stopu na osnowie aluminidku żelaza. Praca doktorska. Katowice: Uniwersytet Śląski

© Korzystanie z tego materiału jest możliwe zgodnie z właściwymi przepisami o dozwolonym użytku lub o innych wyjątkach przewidzianych w przepisach prawa, a korzystanie w szerszym zakresie wymaga uzyskania zgody uprawnionego.



UNIWERSYTET ŚLĄSKI
W KATOWICACH



Biblioteka
Uniwersytetu Śląskiego



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego

UNIwersytet Śląski
Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach
Instytut Nauki o Materiałach

ROZPRAWA DOKTORSKA

Pt.

**Wysokotemperaturowe odkształcanie
stopu na osnowie aluminidku żelaza.**

Promotor:
Prof. dr hab. Roman Kuziak

Autor:
mgr Marcin Prewendowski

Katowice 2013

Spis treści

Wykaz ważniejszych oznaczeń.....	3
1. Wstęp.....	4
2. Przegląd literatury	
2.1. Struktura i podstawowe właściwości fizyko-chemiczne stopów na osnowie FeAl.....	9
2.2. Metody wytwarzania intermetalików.....	14
2.3. Mechanizmy odkształcania plastycznego intermetalików.....	17
2.4. Charakterystyka zmian strukturalnych w procesie przeróbki cieplno-plastycznej stopów FeAl	20
2.5. Synteza badań dotyczących odkształcania stopów na bazie FeAl.....	28
3. Potencjalne zastosowania intermetalików.....	33
4. Teza i organizacja badań.....	35
5. Przygotowanie materiału do badań	37
6. Metodyka badań	
6.1. Badania metalograficzne.....	39
6.2. Wysokotemperaturowe ściskanie.....	39
6.3. Modelowanie procesu ściskania próbek osiowosymetrycznych.....	41
6.4. Opis modeli w programie FORGE wykorzystanych podczas symulacji przeróbki plastycznej.....	46
6.5. Pomiar mikrotwardości.....	48
6.6. Rentgenowska jakościowa analiza fazowa.....	49
6.7. Dyfrakcyjna metoda wyznaczania tekstury.....	49
6.8. Mikroskopia skaningowa (SEM).....	50
6.9. Transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM).....	50
7. Wyniki badań	
7.1. Rentgenowska analiza fazowa.....	51
7.2. Wysokotemperaturowe odkształcanie.....	55
7.3. Wpływ odkształcenia na mikrostrukturę stopu.....	63
7.4. Pomiary mikrotwardości.....	69
7.5. Struktura dyslokacyjna.....	73
7.6. Proces wyciskania badanego stopu.....	76
8. Dyskusja wyników.....	85
9. Wnioski.....	88
10. Literatura.....	89

Wykaz ważniejszych oznaczeń

c	---	ciepło właściwe
D_s	---	wielkości ziarna utworzonego w procesie rekrytalizacji dynamicznej
EBU	---	energia błędu ułożenia
$\dot{\epsilon}$	---	prędkość odkształcenia
ϵ_c	---	odkształcenie krytyczne
ϵ_{rz}	---	logarytmiczne odkształcenie rzeczywiste
ϵ_m	---	odkształcenie w miejscu maksymalnego naprężenia
ϵ_x	---	odkształcenie w czasie trwania pojedynczego cyklu rekrytalizacji
ϵ_s	---	odkształcenie odpowiadające osiągnięciu ustalonej wartości naprężenia uplastyczniającego
ϵ_f	---	odkształcenie w momencie pęknięcia materiału
k	---	współczynnik przewodnictwa cieplnego
m	---	współczynnik wrażliwości na prędkość odkształcenia
μ, α	---	współczynnik tarcia
σ_{rz}	---	rzeczywistym naprężeniem
σ_{pl}	---	naprężenie uplastyczniające
σ_{ss}	---	naprężenie płynięcia
σ_{max}	---	maksymalne rozciągające naprężenie
Q_{def}	---	energia aktywacji procesu odkształcenia plastycznego
SEM	---	skaningowa mikroskopia elektronowa
R	---	stała gazowa
ρ	---	gęstość materiału
TEM	---	transmisyjna mikroskopia elektronowa
T_r	---	temperatura rekrytalizacji
T_t	---	bezwzględna temperatura topnienia
V_{KR}	---	objętość obszarów zrekrystalizowanych
Z	---	temperaturowo-zredukowana prędkość odkształcenia (parametr Zener-Hollomana)

1. Wstęp

Wdrożenie zaawansowanych technologii często ograniczone jest brakiem odpowiednich tworzyw konstrukcyjnych, ponieważ możliwości konwencjonalnych materiałów oraz stopów specjalnych, na przykład żaroodpornych i żarowytrzymałych, zostały już w znacznym stopniu wyczerpane. Tę lukę, ze względu na swoje szczególne właściwości, mogą częściowo wypełnić stopy na podstawie uporządkowanych faz międzymetalicznych. Pod względem właściwości i zakresu temperatur eksploatacji zajmują one miejsce między stopami konwencjonalnymi a materiałami ceramicznymi, łącząc w sobie zalety ceramiki (wysoka wytrzymałość i stabilność strukturalna oraz duża odporność na niszczące działanie środowisk agresywnych [1]) z zaletami metali (duża plastyczność i możliwość do przetwarzania).

Fazy międzymetaliczne w literaturze są potocznie nazywane „intermetalikami”. W wielu powszechnie stosowanych stopach czy kompozytach są ich mniej lub bardziej ważnymi składnikami. Pierwsze doniesienia literaturowe dotyczące badań nad tymi fazami pojawiły się już w latach 30 dwudziestego wieku i wskazały na ich doskonałą odporność na korozję [2]. Na przełomie lat 50 i 60, Cahn wraz ze współpracownikami badał właściwości mechaniczne intermetalików [3]. Ich dalsze badania dotyczyły żarowytrzymałości, zmian uporządkowania dalekiego zasięgu oraz właściwości plastycznych. W późniejszych latach znacząco wzrosło zainteresowanie tymi stopami. Szerokie badania prowadził m.in. Stoloff [2], który zajmował się głównie wpływem stopnia uporządkowania i umocnienia odkształceniowego na plastyczność tych stopów. W latach 60 i 70 Westbrook podsumował dostępną wiedzę na temat intermetalików [4,5,6]. Pierwsze prace dotyczące zjawisk rekrytalizacji w intermetalikach pojawiły się w literaturze w latach 80 i 90. Badaniami tymi zajmowali się głównie Gaydosch [7], Baker [7,8,9], Morris i Deevi [10,11] oraz Imayev [12].

Intermetaliki są stopami dwóch lub trzech metali o ściśle określonym udziale poszczególnych składników. Występują również w stopach wieloskładnikowych, jako pojawiająca się dodatkowa faza. Takie zachowanie obserwuje się w ustalonym przedziale zawartości poszczególnych składników, które posiadają zdolność tworzenia faz międzymetalicznych. Często stanowią one podstawę materiału wielofazowego, w której występują fazy dyspersyjne. Początkowo występowanie faz międzymetalicznych utożsamiano z wtórnymi fazami wydzielającymi się w wielu konwencjonalnych stopach metali nieżelaznych oraz w stalach wysokostopowych. Wśród faz międzymetalicznych dużą grupę stanowią aluminidki oraz krzemki tytanu i metali przejściowych. Są one związkami nie spełniającymi prawa wartościowości, a równocześnie posiadającymi odmienną strukturę

krystaliczną od składników, z których zostały utworzone [4]. Struktura krystaliczna intermetalików charakteryzuje się uporządkowaniem dalekiego zasięgu. Charakterystycznymi cechami tej grupy materiałów, do których należy na przykład faza FeAl, są między innymi:

- wysoka wytrzymałość w podwyższonych temperaturach,
- doskonała odporność na utlenianie i nawęglanie (nawet w temperaturach $1473\div 1523\text{K}$),
- odporność na oddziaływanie związków siarki w temperaturach $1073\div 1173\text{K}$ oraz na korozję w parze wodnej,
- odporność na środowiska wodne (także w wodzie morskiej) i w stopionych solach (azotan sodu – 923K , chlorek sodu i węglan sodu – 1173K),
- niski ciężar właściwy aluminidków żelaza FeAl mieszczący się w przedziale $5,49\div 6,68\text{g/cm}^3$ (stal nierdzewna = $7,8\text{ g/cm}^3$) w zależności od zawartości glinu, daje korzystną relację wytrzymałości do ciężaru właściwego,
- niska cena składników,
- stosunkowo wysoka temperatura topnienia ($\sim 1300^\circ\text{C} - 1500^\circ\text{C}$),
- wysoka wartość modułu Young’a ($E = 240\div 260\text{GPa}$),
- rezystywność ma wartość $1,6\div 1,8\mu\Omega\text{m}$ i w temperaturze otoczenia jest o $30\div 50\%$ wyższa od rezystywności stopów stosowanych na elementy grzejne i dodatkowo rośnie z temperaturą do 1173K .

Wartość współczynnika rozszerzalności cieplnej intermetalików jest zbliżona do wartości współczynnika stali nierdzewnych, co sugeruje możliwość zastosowania aluminidków żelaza do napyłania natryskowego warstw ochronnych odpornych na ścieranie i kawitację, czy też do napawania elementów konstrukcyjnych. Stopy FeAl posiadają dużą odporność na ścieranie, zdolność do tłumienia drgań, oraz odporność na zmęczenie. Zasadniczą wadą tych stopów jest ich mała ciągliwość w temperaturze otoczenia, co powoduje problemy podczas przeróbki plastycznej [13], oraz ogranicza ich wykorzystanie jako tworzyw konstrukcyjnych. Wydłużenie względne stopów FeAl, podobnie jak naprężenie pękania, są jednak wyższe od tych parametrów dla stopów NiAl, CoAl, TiAl i Ni_3Al . Powoduje to, że intermetaliki przewyższają klasyczne materiały konstrukcyjne i lokują się na wysokiej pozycji, jako potencjalny materiał do wielu zastosowań. Niska ciągliwość jaką się charakteryzują w temperaturze otoczenia (rzędu $2 - 3\%$) zostaje zachowana niemal w całym zakresie stabilności fazy B2, przy czym stopy zbliżone do składu stechiometrycznego wykazują brak wydłużenia. Z analizy literatury wynikają trzy główne przyczyny niskiej plastyczności aluminidków żelaza:

- kruchość środowiskowa,

- osłabienie sił wiązań w granicach ziaren,
- umocnienie wakansowe i wywołana nim kruchość [14].

Wynikiem ogromnego zainteresowania międzymetalikami są regularnie odbywające się konferencje naukowe poświęcone tym stopom [15]. Najważniejsze to:

- MRS Symposia on High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys,
- ASM/TMS Symposia on High-Temperature Aluminides and Intermetallics,
- TSM Symposia Structural Intermetallics, Deformation and Fracture of Ordered Intermetallic Materials.

Uporządkowanie struktury i specyficzne właściwości stopów międzymetalicznych wynikają z dążenia atomów jednego składnika do otaczania się atomami drugiego składnika. Powoduje to tworzenie się wiązań międzyatomowych o mieszanym charakterze, z dużym udziałem silnych wiązań kowalencyjnych w wiązaniu metalicznym, szczególnie wtedy, gdy znacznie różnią się one między sobą wielkością promienia atomowego i/lub współczynnikiem elektroujemności. Występowanie silnych wiązań skoordynowanych sprzyja z kolei powstawaniu struktury o dużym współczynniku wypełnienia przestrzeni. Zwarta struktura krystaliczna znacznie utrudnia procesy dyfuzyjne (między innymi samodyfuzję składników), co jest powodem stabilności strukturalnej intermetalików. Intermetaliki wykazują znacznie większą odporność na pełzanie i zmęczenie cieplne w porównaniu z materiałami konwencjonalnymi. Z reguły mają też wysoką twardość i wykazują podatność do kruchego pęknięcia. Te właściwości ukształtowały pogląd, że kruchość to cecha naturalna intermetalików. Z tego powodu do połowy lat osiemdziesiątych ubiegłego stulecia nie były one rozważane jako tworzywa konstrukcyjne. Próby określenia właściwości mechanicznych faz międzymetalicznych były podejmowane podczas badania innych materiałów krystalicznych, a doświadczenia prowadzono głównie na monokryształach.

W latach osiemdziesiątych ubiegłego wieku wzrosło zainteresowanie intermetalikami z powodu potencjalnie szerokich zastosowań, prowadząc do zwiększenia natężenia badań nad tymi stopami. Dotyczyły one procesów odkształcania plastycznego, identyfikacji mechanizmów odkształcania i przyczyn niskiej ciągliwości. Badano właściwości mechaniczne szczególnie w podwyższonych i wysokich temperaturach zarówno faz międzymetalicznych, jak i stopów na ich podstawie. Istotne były również względy ekonomiczne, głównie koszty wytwarzania, które skłoniły do poszukiwania nowych tworzyw konstrukcyjnych o lepszych parametrach eksploatacyjnych, jak również szansa zastąpienia drogich metali strategicznych mniej kosztownymi składnikami.

Główną wadą stopów FeAl, podobnie jak prawie wszystkich stopów na podstawie faz międzymetalicznych o strukturach krystalicznych z uporządkowaniem dalekiego zasięgu, jest

ich mała plastyczność i podatność do kruchego pęknięcia w temperaturze otoczenia. Stanowi to znaczne ograniczenie możliwości zastosowania tego tworzywa, jako materiału konstrukcyjnego. Podwyższenie plastyczności umożliwiłoby o wiele szersze zastosowanie omawianych materiałów.

Niską plastyczność FeAl można częściowo wyeliminować poprzez odpowiedni dobór dodatków stopowych, zastępując częściowo żelazo chromem, co powoduje odstępstwo od stechiometrii fazy międzymetalicznej FeAl. Innym rozwiązaniem jest kształtowanie struktury w procesie metalurgicznym, w którym odpowiednio zaprojektowany przebieg topienia ma decydujący wpływ na właściwości użytkowe stopu. Innym sposobem na podwyższenie ciągliwości jest przeróbka cieplno-plastyczna. Zjawisko rekrytalizacji po odkształceniu można wykorzystać do usunięcia struktury pierwotnej (dendrytycznej), która niekorzystnie wpływa na własności mechaniczne stopów po odlaniu. Struktura drobnoziarnista charakteryzuje się wyższą wytrzymałością i posiada niższą temperaturę przejścia w stan kruchy w porównaniu do struktur gruboziarnistych. Aby prawidłowo przeprowadzić proces wyżarzania rekrytalizującego, istotne jest określenie kinetyki rekrytalizacji. Badanie zjawiska rekrytalizacji jest szczególnie ważne ze względu na dalszy rozwój intermetalików.

Obecnie przemysł, m. in. takie koncerny, jak: General Electric, Aircraft Engines, Turbomeca, Shell, NASA, Rolls-Royce i Philip Morris współfinansują badania i konferencje naukowe. Konsekwencją dużego zainteresowania fazami międzymetalicznymi było utworzenie przez wydawnictwo „Elsevier” w 1992 r. czasopisma naukowego o nazwie „Intermetallics”, które w krótkim czasie stało się czołowym periodykiem poświęconym materiałom i intermetalikom [14].

Najczęściej badanymi fazami międzymetalicznymi są fazy z układów Ti-Al, Ni-Al i Fe-Al, w celu zidentyfikowania zależności między mikrostrukturą a ich właściwościami. Badania realizowane w Polsce w większości dotyczą stopów na podstawie faz z układu Fe-Al. Prowadzone są one głównie w ośrodku warszawskim (Politechnika Warszawska, Wojskowa Akademia Techniczna) i śląskim (Uniwersytet Śląski, Politechnika Śląska).

Aluminidki żelaza na bazie fazy FeAl(B2) wykazują lepszą odporność na korozję wysokotemperaturową i niższy ciężar właściwy od stopów na podstawie fazy Fe₃Al(DO₃). Potencjalnie coraz częściej stają się alternatywnym tworzywem dla stali nierdzewnych Fe-Cr, Fe-Cr-Ni i niektórych stopów na bazie niklu. Stopy te mogą być stosowane jako osnowa dla szeregu kompozytów, np. FeAl/WC, FeAl/TiC, jak również mogą być stosowane wraz z wieloma ceramikami. Zawartość glinu w aluminidkach żelaza jest wystarczająca do wytworzenia na powierzchni zwartej, silnie przylegającej warstewki tlenku glinu [8], która wykazuje dobre właściwości antykorozyjne.

Korzystne cechy fizyko-chemiczne oraz dobre właściwości wytrzymałościowe, w połączeniu z niską ceną składników stopowych, w porównaniu do ceny stali stopowych zawierających drogie pierwiastki (Ni, Cr, Mo), pozwalają wnosić, że intermetaliki po opracowaniu metod podwyższenia ich ciągliwości znajdują zastosowanie jako nowe tworzywo konstrukcyjne dla potrzeb przemysłu energetycznego, chemicznego, petrochemicznego, okrętowego, samochodowego i spożywczego.

W ostatnich latach nastąpił ogromny postęp w zrozumieniu wpływu parametrów odkształcania na gorąco na zachowanie się aluminidków żelaza podczas odkształcenia plastycznego. W kraju ukazały się między innymi dwie monografie poświęcone temu zagadnieniu [14,16]. W pierwszej przedstawiono możliwości kształtowania struktury i właściwości użytkowych stopów FeAl przy wykorzystaniu specjalnych metod obróbki i wytwarzania, takich jak: umacnianie wybuchowe, obróbkę wybuchowo-cieplną, konsolidację proszków metodą wybuchową. W drugiej pracy opisano możliwości kształtowania struktury i właściwości odlewanych stopów FeAl poprzez dobór składu chemicznego oraz odpowiednie warunki wytwarzania. Opisano też zjawiska towarzyszące procesowi odkształcania plastycznego stopów FeAl, takie jak anomalne zmiany granicy plastyczności w funkcji temperatury i efekt nadplastyczności. Wykazano, że stopy FeAl można przerabiać plastycznie w warunkach występowania nadplastyczności, wywołanej procesami dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji [14,17].

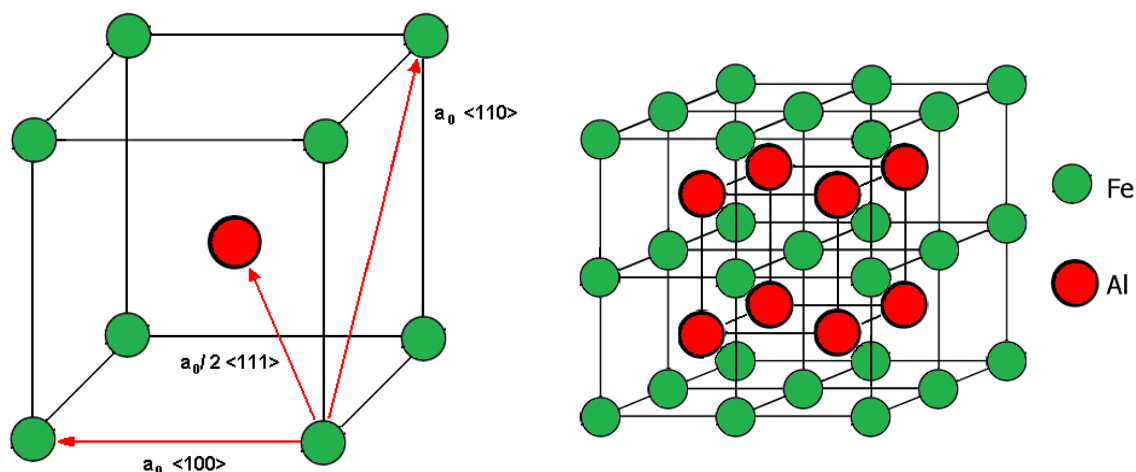
Ostatnio pojawiły się publikacje poświęcone badaniom mechanizmów odkształcania plastycznego stopów FeAl w wysokich temperaturach. Wyniki badań dotyczących dynamicznej rekrytalizacji w aluminidkach żelaza przedstawiono w pracach [12,18,19]. Nie wyjaśniają one jednak w pełni obserwacji dotyczących odkształcenia plastycznego intermetalików.

Analiza zjawisk towarzyszących odkształcaniu stopu Fe-40Al badanego w niniejszej pracy w wysokich temperaturach, ze szczególnym uwzględnieniem dynamicznych procesów zdrowienia i rekrytalizacji umożliwia określenie optymalnych warunków przeróbki plastycznej. W trakcie przeróbki plastycznej na gorąco procesy dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji zachodzą równolegle z odkształceniem lub z niewielkim opóźnieniem. Kinetyka tych procesów zależy od wielu czynników, lecz głównie od parametrów odkształcania (temperatury, stopnia i prędkości odkształcania). Celem aktualnej pracy jest wykorzystanie metod symulacji numerycznej i fizycznej do opracowania parametrów procesu wyciskania.

2. Przegląd literatury

2.1. Struktura i podstawowe właściwości fizyko-chemiczne stopów na osnovie FeAl

Faza międzymetaliczna FeAl występuje w najprostszej, spośród uporządkowanych faz międzymetalicznych, strukturze B2 (typ chlorku ceszu CsCl). Struktura fazy międzymetalicznej FeAl o sieci regularnej, przestrzennie centrowanej jest pochodną fazy α (A2). Komórka elementarna zawiera dwa atomy metali – jeden atom żelaza zajmujący naroża i jeden atom glinu występujący w środku komórki. (rys.1). Stała sieciowa komórki elementarnej fazy FeAl wznosi $a_0=2,89\text{\AA}$, natomiast fazy αFe $a_0=2,86\text{\AA}$. Każdy atom glinu w komórce elementarnej jest otoczony ośmioma atomami żelaza, co prowadzi do uporządkowania dalekiego zasięgu.



Rys.1. Komórka elementarna FeAl z możliwymi wektorami Burgersa.

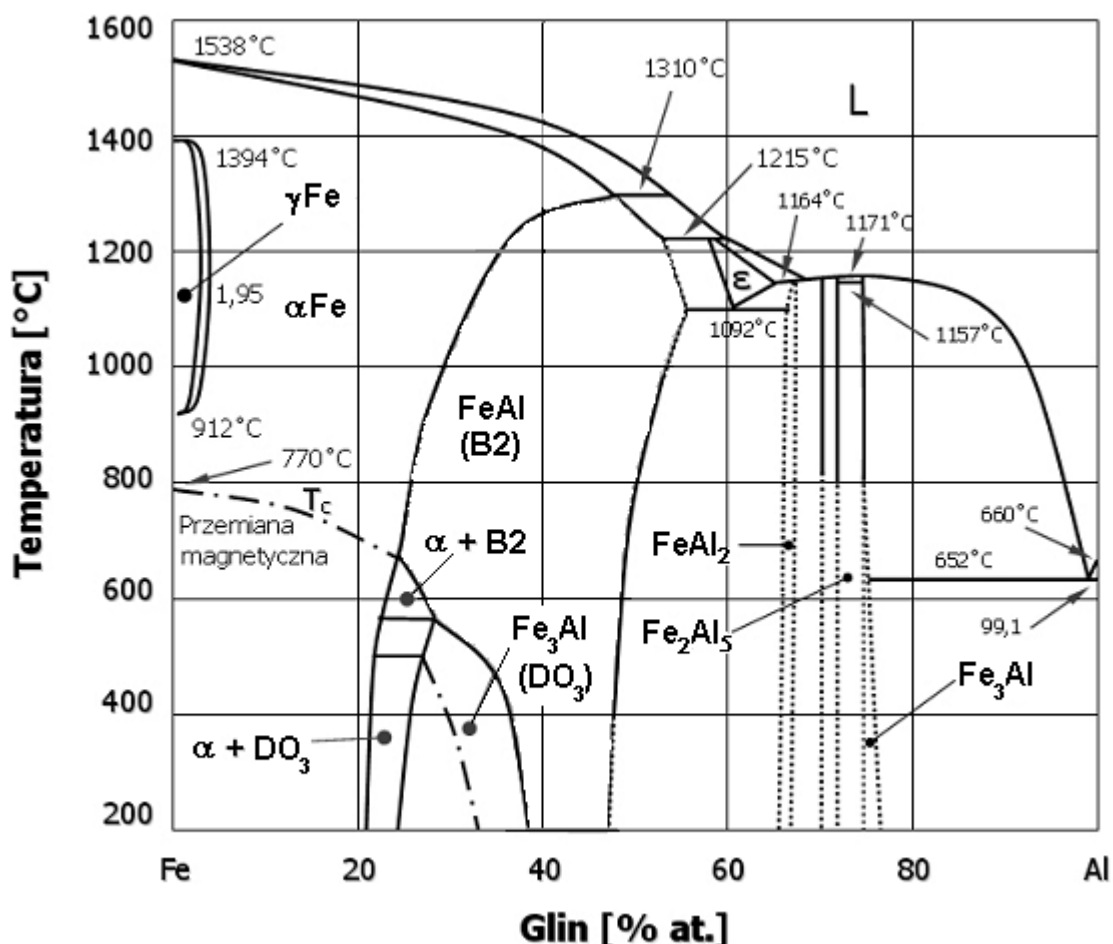
Bardzo duży wpływ na właściwości mechaniczne stopów FeAl mają warunki ich wytwarzania. Na przykład, duży wpływ na proces odlewania stopów FeAl ma utlenianie składników tego stopu. Sposób przeprowadzenia syntezy i charakter krystalizacji tych stopów decyduje o ich właściwościach mechanicznych zarówno w temperaturze pokojowej, jak i w temperaturach podwyższonych. Według Veduli [20,21] i Sikki [22] niekorzystny wpływ na plastyczność wytworzonego metodą wytapiania stopu FeAl mają czynniki metalurgiczne. Dane o wpływie warunków procesów technologicznych na właściwości aluminidków metali przejściowych są niekompletne, a często sprzeczne. Informacje te opierają się przede wszystkim na wynikach badań doświadczalnych przeprowadzonych w warunkach laboratoryjnych. Większość opracowanych technologii dających dobre wyniki jest chroniona prawem patentowym. Wiadomo jednak, że proces technologiczny powinien być prowadzony

w warunkach uniemożliwiających dostęp powietrza do kąpeli metalowej. Dotyczy to szczególnie aluminidków i krzemków metali przejściowych. Zwykle wytopy prowadzi się w piecach elektrycznych (indukcyjnych lub łukowych z elektrodą nietopliwą) w próżni lub w atmosferze gazów ochronnych. Wysoka zawartość glinu podczas topienia składników powoduje tworzenie się żużlu bogatego w tlenek glinu już przy niewielkich ciśnieniach parcjalnych tlenu będącego w kontakcie z ciekłym stopem. Wpływ ten można wyeliminować dwoma sposobami, odlewając stop przez dno formy, stosując odlewanie w próżni lub w gazie ochronnym. Zastosowanie odlewania w próżni lub argonie dodatkowo pozwala na zmniejszenie w stopie zawartości tlenu, azotu i wodoru.

Układ równowagi Fe-Al przedstawiony jest na rysunku 2 [23,24,25]. Przyjęto, że granice zaznaczone liniami ciągłymi odpowiadają wykresowi równowagowemu uzyskanemu doświadczalnie, natomiast linie nieciągłe reprezentują stan wyznaczony w wyniku obliczeń termodynamicznych. Linie przerywane związane są również z nieścisłościami dotyczącymi zakresu występowania obszarów dwufazowych. Głównie dotyczy to granic między fazą nieuporządkowaną α a Fe_3Al oraz granicy rozdziału faz uporządkowanych Fe_3Al i FeAl .

Mając na uwadze zastosowanie stopów FeAl, najważniejsze fazy występujące w tym układzie zawierają nadmiar żelaza w stosunku do glinu. Z tego względu uwaga naukowców skupiała się na fazach leżących po lewej stronie układu, w której występują związki bogate w żelazo. Przy zawartości glinu do 18%at. w układzie występuje nieuporządkowany roztwór stały Fe(Al), zwany roztworem α i wykazujący w całym zakresie temperatur własności ferromagnetyczne. W obszarze tym w zakresie temperatur $650^\circ\text{C} \div 800^\circ\text{C}$ występuje przemiana magnetyczna. Po podgrzaniu do temperatury $550 \div 770^\circ\text{C}$, faza Fe(Al) podlega przemianie w nieuporządkowany roztwór stały α o właściwościach paramagnetycznych. Faza ta jest stabilna do zawartości glinu 46% at. i temperatury 1310°C . W zakresie 18-23% at. Al, występuje obszar dwufazowy zawierający roztwór α i uporządkowaną fazę Fe_3Al . Powyżej temperatury 550°C , faza Fe_3Al ulega przemianie w fazę FeAl, w której rozpuszcza się faza α . Przy zawartości glinu 23-36.5% at. występuje tylko uporządkowana faza Fe_3Al , która powyżej temperatury 550°C przemienia się w FeAl. W zakresie 23-36.5% at. Al po krystalizacji mogą występować pewne ilości fazy FeAl o strukturze B2. Z podwyższeniem zawartości glinu do 36.5%at. faza FeAl jest stabilna. W przedziale składu od 36.5% ÷ 50% at. Al w temperaturze pokojowej występuje faza międzymetaliczna FeAl o strukturze krystalicznej typu B2, wykazująca uporządkowanie dalekiego zasięgu. Faza ta wykazuje stabilność od temperatury otoczenia, aż do granicy zaznaczonej na diagramie fazowym linią oddzielającą fazę FeAl od fazy αFe . Linia ta przebiega od punktu w temperaturze 550°C , przy zawartości 25% at. Al, do punktu przecięcia się z solidusem w temperaturze 1310°C , przy

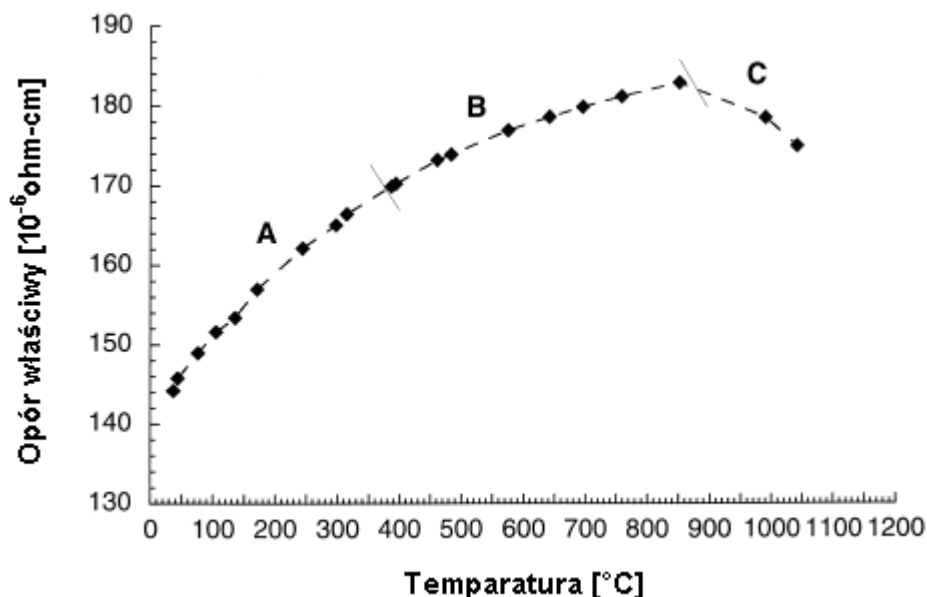
zawartości glinu 46% at. W zakresie zawartości $36.5 \div 46\%$ at. Al ciekły metal Fe(Al) po zakrzepnięciu ma postać nieuporządkowanego roztworu stałego α . Przemiana roztworu α w uporządkowaną fazę FeAl zachodzi w miarę obniżenia temperatury w zakresie $1210 \div 1130^\circ\text{C}$, w zależności od zawartości glinu. Strukturę fazy FeAl w tym przedziale kształtują nie tylko warunki krystalizacji, ale również przebieg przemiany nieporządek \leftrightarrow porządek.



Rys.2. Wykres fazowy żelazo-glin [23].

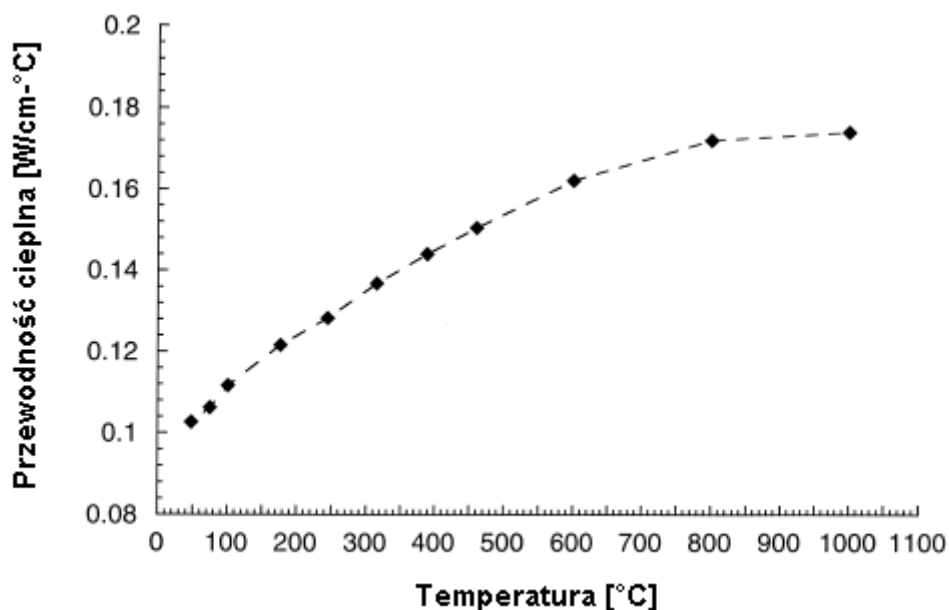
Uporządkowana faza międzymetaliczna FeAl wykazuje silną anizotropię właściwości sprężystych. Stopień anizotropii mierzony parametrem Zenera, zależy silnie od zawartości glinu. Ze wzrostem zawartości glinu parametr Zenera maleje z 4,4 dla Fe₃₅Al do 3,8 dla Fe₄₀Al [26,27]. Moduł Younga nie wykazuje zależności od zawartości glinu w stopie w zakresie 40% – 49% Al i wynosi $E = 240 \div 260 \text{ GPa}$. Moduł Younga zależy od temperatury i maleje monotonicznie wraz z jej wzrostem [26]. Twardość i granica plastyczności wyraźnie wzrasta ze wzrostem zawartości glinu w stopie. Zawartość glinu wpływa również na współczynnik umocnienia odkształceniowego. Wartość tego współczynnika zwiększa się ze wzrostem udziału Al, jak również charakter zmian jego wartości wraz z temperaturą jest podobny, jak w przypadku granicy plastyczności [28].

Rezystywność stopu FeAl w temperaturze pokojowej wynosi $1,4 \mu\Omega\text{m}$ [29] i jest o $30\div 50\%$ wyższa od rezystywności stopów stosowanych na elementy grzejne. Rezystywność tego stopu zależy od temperatury (rys.3). Jego wartość po początkowym szybkim wzroście do temperatury 400°C , następnie wzrasta wolniej i osiąga maksymalną wartość przy temperaturze 900°C , powyżej której rezystywności spada. Obserwowana zależność wynika ze struktury elektronowej i magnetycznej stopu.



Rys. 3. Rezystywność stopu Fe40Al w funkcji temperatury [29].

Współczynnik rozszerzalności cieplnej wzrasta liniowo ze wzrostem temperatury [29]. Podobną zależność obserwuje się dla czystego żelaza oraz glinu. Wartość współczynnika rozszerzalności cieplnej jest zbliżona do wartości współczynnika dla stali nierdzewnych, co sugeruje możliwość zastosowania aluminidków żelaza do napyłania natryskowego warstw ochronnych odpornych na ścieranie i kawitację lub do napawania elementów konstrukcyjnych. Ciepło właściwe stopu Fe40Al również zależy od temperatury. Powodem tego jest synergiczny wkład fononów, elektronów przewodnictwa i magnonów do entalpii. W wysokich temperaturach powyżej 650°C , następuje nagły wzrost wartości ciepła właściwego, który jest typowy dla niektórych wysokotopliwych metali (Nb, W) w pobliżu temperatury topnienia. Zjawisku temu towarzyszy stosunkowo wysoka temperatura topnienia stopu Fe40Al ($\sim 1300^\circ\text{C} - 1500^\circ\text{C}$). Wartość przewodności cieplnej zależy liniowo od temperatury (rys.4) aż do temperatury 800°C , powyżej tej temperatury zależność ulega nasyceniu. Do badanego stopu stosuje się prawo Wiedemann'a-Franz'a, co wskazuje, że nośnikami ciepła są elektrony.



Rys. 4. Przewodność cieplna mierzona dla stopu Fe40Al w funkcji temperatury [29].

Faza FeAl wykazuje doskonałą odporność na utlenianie i nawęglanie, nawet w wysokiej temperaturze 1200÷1250°C. Ponadto charakteryzuje się ona doskonałą odpornością na działanie siarki do temperatur 800÷900°C oraz na korozję w środowisku pary wodnej. Zaobserwowano również, że stopy na podstawie fazy FeAl są odporne na korozję w środowisku wodnym, wodzie morskiej i w stopionych solach.

Niski ciężar właściwy aluminidków żelaza FeAl, mieszczący się w przedziale 5,49÷6,68 g/cm³, przy ciężarze stali nierdzewnej 7,8 g/cm³, daje korzystny stosunek ciężaru do wytrzymałości i wyróżnia intermetaliki wśród innych, materiałów konstrukcyjnych.

2.2. Metody wytwarzania intermetalików

Najczęściej stosowane metody otrzymywania stopów międzymetalicznych na osnowie FeAl to synteza wysokotemperaturowa, metalurgia proszków, oraz topienie i odlewanie.

Morris i Gunther badali fazy międzymetaliczne otrzymywane w wyniku procesu wysokotemperaturowej syntezy (mechanical alloying) [30-34]. Proces ten polega na wyciskaniu proszków metali w temperaturze 1100°C w osłonie z miękkiej stali. Zwykle stopień redukcji średnicy podczas wyciskania wynosi 16:1.

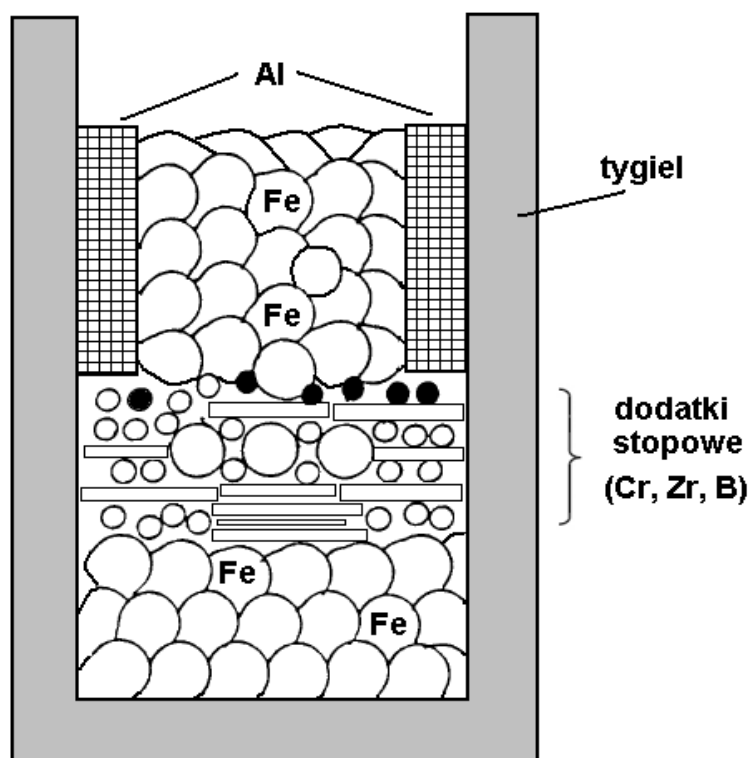
Technikę metalurgii proszków w celu otrzymania materiału próbek intermetalików wykorzystali w swych badaniach Sleboda, Kane i inni [35]. Badali oni wpływ procesu ściskania w zakresie temperatur 700-1100°C na właściwości strukturalne i mechaniczne stopu Fe-40at.%Al.

Metodą najczęściej stosowaną do wytwarzania intermetalików jest konwencjonalny, proces topienia i odlewania. Proces topienia i odlewania po uwzględnieniu specyficznych czynników, jak duża różnica temperatury topnienia żelaza i glinu, egzotermiczny charakter reakcji, czy duża reaktywność i ciśnienie par topionych pierwiastków [14], może być prowadzony techniką:

- indukcyjnego topienia w powietrzu (AIM),
- indukcyjnego topienia w próżni (VIM),
- łukowego przetapiania próżniowego (VAR),
- przetapiania elektrożużlowego (ESR) [36].

Wiele badaczy bada stopy otrzymywane metodą odlewania. Między innymi: Lin i Liu [15,37-40,41,42], Yang i Baker [7,8,18,19,26], czy Imayev i Evangelista [12]. We wszystkich pracach po trzykrotnym przetopie stop był odlewany do form, a następnie homogenizowany w 1000°C przez 24 godz. Pang i Kumar [43,44,45,46] również badali stopy FeAl otrzymane poprzez odlewanie. Składniki topione były w tyglach z tlenku cyrkonu, a następnie odlewane były do form grafitowych. Stop po wyżarzaniu homogenizującym eliminującym segregację, umieszczany był w osłonach z miękkiej stali i wyciskany po nagraniu do 1000°C ze stopniem redukcji 16:1. Bystrzycki i Varin [47,48,49-51,52,53] prowadzili badania na stopach FeAl otrzymanych przez topienie i odlewanie w indukcyjnym piecu próżniowym w atmosferze argonu. Po odlaniu stop poddawali dwustopniowej obróbce cieplnej w temperaturze 1000°C przez 5 godz., a następnie w 400°C przez 100 godz. W badaniach wykorzystali niekonwencjonalną metodę odkształcania jaką jest wybuchowe umacnianie w cylindrycznych układach z wykorzystaniem ciśnienia rzędu 5-11 GPa.

Najbardziej efektywną techniką wytwarzania aluminidków żelaza jest metoda indukcyjnego topienia. Reakcja tworzenia fazy FeAl ma charakter egzotermiczny. Powoduje to podwyższanie temperatury ciekłego metalu, co prowadzi do niepożądanych skutków. Zbyt wysoka temperatura powoduje utlenianie się glinu, który ma w przybliżeniu o połowę niższą temperaturę topnienia od żelaza. Ponadto wysoka temperatura prowadzi do zbyt szybkiego zużywania się tygli, a w skrajnych przypadkach może spowodować nawet ich pękanie. W 1995 roku w USA opracowano proces Exo-Melt™ [2], który umożliwia w sposób efektywny i kontrolowany wykorzystać energię cieplną wydzielającą się podczas reakcji egzotermicznej. Proces pozwala na kontrolę składu chemicznego stopu, ilości utworzonych produktów utleniania i poprawia ogólnie bezpieczeństwo podczas wytopu. Wsad podzielony jest na sekcje, co uzyskuje się dzięki charakterystycznemu ułożeniu pierwiastków w tyglu (rys.5).



Rys. 5. Rozmieszczenie składników stopu w tyglu w procesie topienia Exo-Melt™ [2].

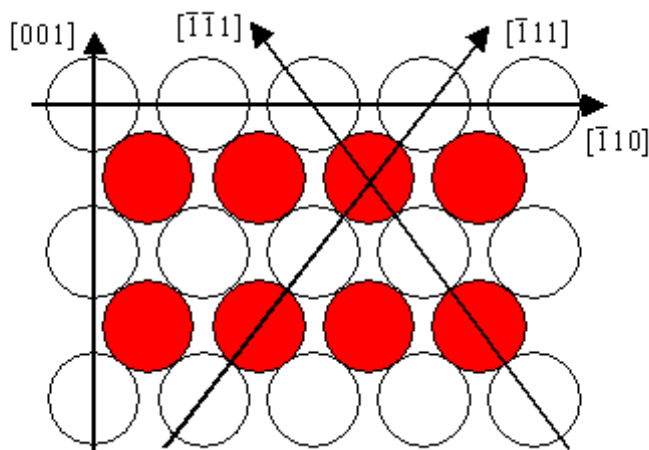
Proces topienia rozpoczyna się od nagrzania żelaza znajdującego się w górnej części tygla. Wzrost temperatury żelaza do temperatury 900 – 1000°C powoduje nagrzanie i topienie się glinu, który w stanie ciekłym ma dobry kontakt z żelazem. Powoduje to egzotermiczną reakcję syntezy, której wynikiem jest powstanie fazy międzymetalicznej FeAl. W tym momencie zasilanie pieca jest wyłączone, a ciepło reakcji jest zużywane do topienia pozostałego żelaza i podwyższenia temperatury fazy FeAl. Roztopiony metal spływa w dół tygla rozpuszczając dodatki stopowe. Z upływem czasu zostaje przetopione również żelazo w dolnej części tygla. W ostatnim etapie procesu, ciecz w tyglu osiąga temperaturę około

1250°C. W celu zapewnienia odpowiedniego sposobu odlewania, w końcowej fazie procesu, ponownie włącza się grzanie pieca. Szybkość reakcji jest kontrolowana poprzez sposób ułożenia wsadu i również poprzez wielkość kawałków żelaza. Dużą rolę w procesie odlewania stopów FeAl spełnia utlenianie. Wysoka zawartość glinu w kąpeli metalowej powoduje tworzenie się żużłu bogatego w Al_2O_3 już po bardzo krótkim kontakcie z powietrzem. Zapobiega się temu zjawisku poprzez zastosowanie odlewania w próżni lub w argonie. Odlewanie w próżni lub argonie dodatkowo pozwala na zmniejszenie w stopie zawartości tlenu, azotu i wodoru. Metoda ta została wdrożona w praktyce przemysłowej w Stanach Zjednoczonych w roku 1995 do otrzymywania aluminidków żelaza i niklu [13].

Ważnym etapem procesu otrzymywania aluminidków żelaza jest wprowadzenie makro- i mikrododatków stopowych. Dodatki stopowe zmieniają położenie granic międzyfazowych w układach równowagi. W stopach FeAl stosuje się je dla poprawy własności plastycznych, oraz w celu uzyskania umocnienia roztworowego. Atomy dodatków zmieniają lokalnie strukturę atomową i charakter wiązań międzyatomowych. Stosowanie dodatku chromu (Cr) w stopach FeAl powoduje wystąpienie umocnienia roztworowego (dodatek 1-5% at. Cr). Chrom rozpuszcza się w osnowie stopu FeAl, tworząc po homogenizacji jednofazowy stop Fe-Al-Cr. Mikrododatki cyrkonu i boru (Zr i B) w ilościach 0.01-0.05% wag. działają jako modyfikatory struktury. Dodatki te umożliwiają sterowanie procesem krystalizacji, wpływając na zmiany struktury pierwotnej, a w ten sposób właściwości stopu. Pierwiastki te poprawiają też przebieg odgazowania stopu i powodują usunięcie zanieczyszczeń [14]. Zawartość boru w stopie wpływa korzystnie na właściwości mechaniczne, zwiększając plastyczność i podwyższając wytrzymałość granic ziaren [54,55]. Stwierdzono, że bor gromadząc się na granicach ziaren zwiększa ich wytrzymałość, a funkcję umocnienia granic ziaren spełnia on, gdy zawartość glinu jest poniżej 46% at. Al. Ponadto atomy boru ze względu na ich małe rozmiary, zajmują pozycje międzywęzłowe w sieci krystalicznej, hamując dyfuzję wodoru, a powodują obniżenie kruchości spowodowanej oddziaływaniem środowiska.

2.3. Mechanizmy odkształcania plastycznego intermetalików

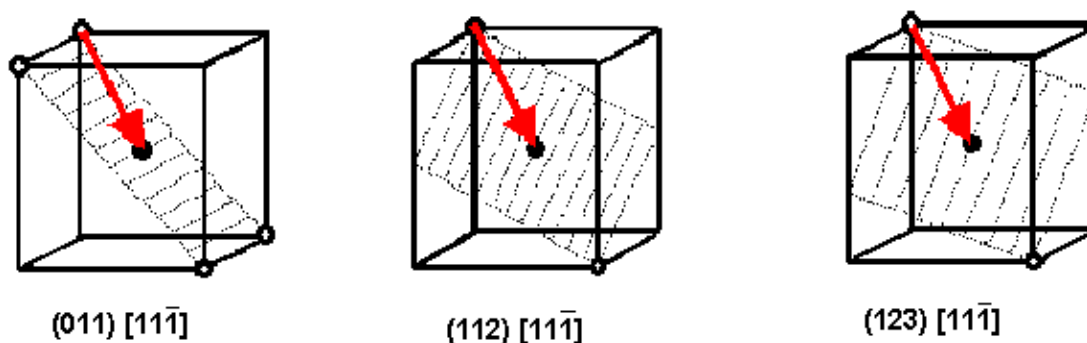
W strukturze B2 brak jest płaszczyzny wyróżniającej się najgęstszym możliwym ułożeniem atomów, która występuje na przykład w strukturze ściennie centrowanej A1. W strukturze B2 zbliżoną gęstość atomów wykazują rodziny płaszczyzn $\{110\}$ (6 płaszczyzn) (rysunek 6), $\{112\}$ (12 płaszczyzn), $\{123\}$ (24 płaszczyzn). We wszystkich tych płaszczyznach poślizg może zachodzić w kierunku $\langle 111 \rangle$.



Rys. 6. Rozmieszczenie atomów w płaszczyźnie (110) w strukturze regularnej przestrzennie centrowanej; leżą w niej dwa kierunki o najgęstszym ułożeniu atomów $\langle 111 \rangle$.

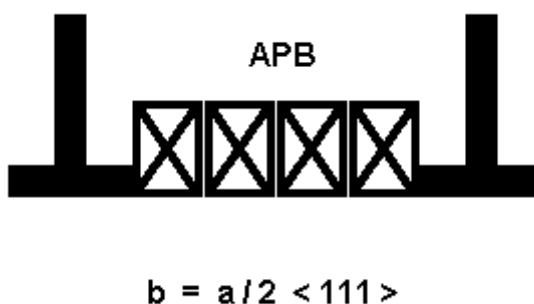
W metalach o strukturze regularnej przestrzennie centrowanej (np. żelazo α , chrom, molibden), a także w aluminidkach żelaza o strukturze typu B2, odkształcenie plastyczne zachodzące przez poślizg dyslokacji odbywa się w kierunku gęstego ułożenia atomów. Najkrótszym wektorem sieciowym jest wektor $\langle 111 \rangle$ łączący naroże komórki z atomem położonym w jej środku. Wektor Burgersa poślizgowej dyslokacji jednostkowej jest zatem typu $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$. Płaszczyzną o najgęstszym ułożeniu atomów w strukturze B2 jest płaszczyzna $\{110\}$. Kolejnymi płaszczyznami o dużej gęstości obsadzenia atomami są płaszczyzny typu $\{112\}$ i $\{123\}$. Każda z tych płaszczyzn zawiera kierunek typu $\langle 111 \rangle$. Rysunek 7 przedstawia położenie tych płaszczyzn w komórce elementarnej zawierających ten sam kierunek $[1\bar{1}\bar{1}]$ oznaczony czerwoną strzałką.

Trzy płaszczyzny $\{110\}$, trzy płaszczyzny $\{112\}$ i sześć płaszczyzn $\{123\}$ przecinają się wzdłuż tego samego kierunku $\langle 111 \rangle$, co powoduje, że poślizg poprzeczny w omawianym typie struktury zachodzi stosunkowo łatwo. Dlatego też, dyslokacje śrubowe w stopach o strukturze typu B2 mogą poruszać się w dowolny sposób w każdej płaszczyźnie $\{110\}$, $\{112\}$ i $\{123\}$, osobno lub też w kombinacjach tych płaszczyzn.



Rys. 7. Płaszczyzny (011), (112) i (123) w strukturze B2 zawierające ten sam kierunek $[11\bar{1}]$.

Z powyższych rozważań wynika, że struktura typu B2 posiadająca 48 systemów poślizgu, powinna charakteryzować się dużą plastycznością. Duża liczba systemów poślizgu jednakowo uprzywilejowanych wpływa na hamowanie ruchu poślizgowych dyslokacji. Ma to miejsce w przypadku, gdy przemieszczające (ślizgające) się dyslokacje przecinają się wzajemnie. Prowadzi to do tworzenia progów na liniach dyslokacji. W temperaturze pokojowej monokryształy Fe_3Al i FeAl , niezależnie od zawartości glinu, odkształcają się również przez poślizg dyslokacji $a\langle 111 \rangle$. Jednak dyslokacje te występują w stanie zdysocjowanym na dyslokacje częściowe $a/2\langle 111 \rangle$, tworząc superdyslokację. Częściowe dyslokacje są połączone między sobą granicą antyfazową leżącą zazwyczaj w płaszczyźnie $\{110\}$ (antiphase boundary – APB) (rys.8). Para tych dyslokacji tworzy superdyslokację o wektorze całkowitym $\langle 111 \rangle$.



Rys. 8. Superdyslokacja w strukturze B2 [2,56].

Podczas poślizgu pierwsza dyslokacja $a/2 \langle 111 \rangle$, w parze wytwarza granicę antyfazową, natomiast druga $a/2 \langle 111 \rangle$ poruszając się tuż za nią, likwiduje tę granicę przywracając uporządkowany stan atomów. Szerokość granicy antyfazowej jest określona wypadkową sił odpychania jednoimiennych dyslokacji oraz energią powierzchniową granicy antyfazowej. Im skład chemiczny stopu jest bliższy stechiometrycznego, tym wartość energii

granicy antyfazowej rośnie. W stopach o strukturze B2 (FeAl) granice antyfazowe mogą być generowane tylko poprzez odkształcenie plastyczne.

2.4. Charakterystyka zmian strukturalnych w procesie przeróbki cieplno-plastycznej stopów FeAl

Stopy FeAl odkształcają się głównie mechanizmem poślizgowym. Jednak plastyczność tych stopów w dużej mierze zależy od odstępstw od ich składu stechiometrycznego oraz od stężenia defektów punktowych tworzących się w wysokich temperaturach. W stopach dwuskładnikowych, charakteryzujących się uporządkowaniem dalekiego zasięgu, najczęściej tworzącymi się defektami punktowymi są wakanse (pojedyncze i kompleksy), atomy antypołożeniowe, oraz defekty potrójne lub ich kombinacje. Defekty potrójne stanowią kompleksy składające się z dwóch wakansów i atomu antypołożeniowego. W roztworze stałym dwuskładnikowym wakanse dzieli się na wakanse składnika A i wakanse składnika B obsadzające, odpowiednio, węzły podsieci A i B. Atomy antypołożeniowe A ulokowane są w podsieci atomów B, natomiast atomy antypołożeniowe B zajmują węzły podsieci A [57]. Wakansami strukturalnymi nazwano wakansy występujące w fazach niestechiometrycznych, wykazujące silną zależność od składu chemicznego, natomiast bardzo słabą zależność od temperatury. W wielu badaniach stwierdzono, że wakanse strukturalne nie występują w stopach FeAl. Powstają natomiast wakansy termiczne. Opierając się na wynikach badań [57,58], można stwierdzić, że głównym typem defektów punktowych w stopach FeAl o strukturze B2 wzbogaconych w żelazo są antypołożeniowe atomy żelaza.

Zdrowieniem nazywamy zmiany zachodzące w mikrostrukturze odkształconego materiału, prowadzące do obniżenia gęstości defektów struktury krystalicznej, nie prowadzące bezpośrednio do tworzenia się zarodków rekrytalizacji i ich wzrostu. Wyróżnia się zdrowienie niskotemperaturowe i wysokotemperaturowe oraz dynamiczne i statyczne. Zdrowienie dynamiczne zachodzi w trakcie odkształcenia plastycznego, zaś statyczne po odkształceniu. Procesy zdrowienia zachodzą poprzez dyfuzję defektów punktowych do miejsc anihilacji, poślizg poprzeczny dyslokacji połączony z anihilacją dyslokacji przeciwnych znaków oraz poprzez wspinanie dyslokacji prowadzące do powstawania granic niskokątowych [59]. W procesie wspinania uczestniczą dyslokacje krawędziowe. Polega on na dyfuzyjnym przemieszczaniu się atomów ekstra-płaszczyzny. W poślizgu poprzecznym uczestniczą dyslokacje śrubowe (lub składowe śrubowe linii dyslokacyjnej). Istotą procesu jest zmiana płaszczyzny poślizgu, pod działaniem dostatecznie dużych naprężeń. Poślizg poprzeczny zachodzi, gdy płaszczyzny poślizgu pierwotnego i poprzecznego posiadają jednakowy kierunek poślizgu. Etap zdrowienia, w wyniku którego powstają podziarna nazywa się poligonizacją. Ma on duże znaczenie w przebiegu procesów rekrytalizacji. Proces poligonizacji zachodzi w podwyższonych temperaturach w wyniku przegrupowania

dyslokacji do tzw. ścianek dyslokacyjnych, tworzących początkowo granice niskokątowe. Dalsza ewolucja struktury podziarnowej powodować może zarodkowanie nowych ziaren o granicach wysokokątowych (kąt dezorientacji powyżej 15°). Procesy zdrowienia i rekrytalizacji powodują obniżenie energii wewnętrznej odkształconego materiału do poziomu odpowiadającemu stanowi wyjściowemu. Zatem siłą napędową zdrowienia i rekrytalizacji jest energia zmagazynowana w materiale odkształconym, natomiast przebieg zdrowienia i rekrytalizacji zależy głównie od mikrostruktury materiału odkształconego, stopnia odkształcenia (energii zmagazynowanej) oraz temperatury. Parametrem materiałowym, mającym podstawowe znaczenie dla mechanizmów odkształcenia i odbudowy struktury jest energia błędu ułożenia. Choć charakter zmian zachodzących w strukturze jest podobny, należy rozróżnić procesy odbudowy struktury zachodzące podczas wyżarzania materiału poddanemu odkształceniu plastycznemu na zimno od zmian zachodzących podczas odkształcenia w wysokich temperaturach. Temperaturę, powyżej której zachodzić może rekrytalizacja można obliczyć za pomocą przybliżonej zależności:

$$T_r = a \cdot T_t \quad [K] \quad (1)$$

gdzie: T_r – temperatura rekrytalizacji; T_t – bezwzględna temperatura topnienia, a – współczynnik mieszczący się na ogół w przedziale (0.35 – 0.6), jego wartość może jednak mieścić się w przedziale 0,1 – 0,2 dla bardzo czystych metali i osiągać wartość około 0,8 dla stopów wielofazowych.

Zarodki rekrytalizacji mogą tworzyć się w strukturze w sposób homogeniczny lub heterogeniczny. Zarodkowanie homogeniczne dotyczy sytuacji, gdy prawdopodobieństwo utworzenia zarodka w całym obszarze odkształconego materiału jest w przybliżeniu identyczne. Natomiast zarodkowanie heterogeniczne występuje wówczas, gdy w strukturze odkształconego materiału występują obszary, w których zarodkowanie jest dużo łatwiejsze. Zazwyczaj miejscami uprzywilejowanego zarodkowania są granice ziaren, pasma bliźniaków odkształcenia i pasma zlokalizowanego odkształcenia plastycznego.

Wyróżnia się trzy podstawowe mechanizmy zarodkowania podczas procesu rekrytalizacji:

- indukowana odkształceniem migracja granicy;
- koalescencja podziarn (przekształcenie granic podziarn w granice wysokokątowe);
- wzrost podziarn.

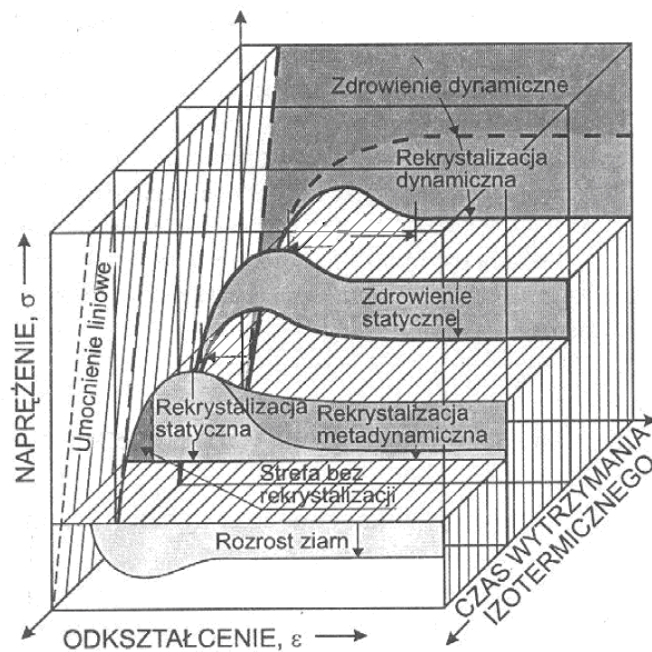
Podczas odkształcenia plastycznego na gorąco procesy umocnienia (wzrostu gęstości defektów struktury) konkurują z procesami odbudowy struktury. Wypadkowa tych procesów

określa charakter zmian zachodzących w strukturze. Zmiany zachodzące podczas odkształcenia wpływają na kształt krzywej naprężenie – odkształcenie uzyskanej podczas odkształcania w stałej temperaturze i przy stałej prędkości odkształcania. Jeżeli początkowy etap umocnienia materiału (wzrostu gęstości dyslokacji) zrównoważony zostaje przez procesy zdrowienia dynamicznego we wczesnym stadium odkształcenia, to wartość naprężenia uplastyczniającego ustala się na stałym poziomie. Taki przebieg odkształcenia obserwuje się w materiałach o dużej energii błędu ułożenia, w niskich temperaturach. W materiałach o niskiej i średniej wartości energii błędu ułożenia procesy zdrowienia zachodzą wolno. W wysokich temperaturach, po osiągnięciu odkształcenia krytycznego, w materiale zachodzić może wtedy rekrytalizacja dynamiczna. Wartość naprężenia uplastyczniającego maleje wtedy podczas odkształcenia, w miarę postępu rekrytalizacji i ustala się na stałym poziomie po osiągnięciu stanu ustalonego. Wielkość ziaren jest stała i charakterystyczna dla danych warunków odkształcania ($\dot{\epsilon}$, T). Naprężenie w zakresie ustalonego płynięcia plastycznego oraz wielkość ziarna zależy od temperatury i prędkości odkształcania, czyli od parametru Zener-Hollomona Z:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \left(\frac{Q_{def}}{RT} \right) \quad (2)$$

gdzie: $\dot{\epsilon}$ jest prędkością odkształcenia, Q_{def} jest energią aktywacji procesu odkształcenia plastycznego, R jest stałą gazową, a T jest temperaturą w skali absolutnej.

Po odciążeniu w materiale, w którym zainicjowana została rekrytalizacja dynamiczna, zachodzi rekrytalizacja metadynamiczna. Charakterystyczną cechą tego procesu jest to, że postępuje ona w wyniku rozrostu ziaren powstałych w trakcie rekrytalizacji dynamicznej, które w wyniku postępującego odkształcenia zawierają dużą ilość dyslokacji. Zatem w przebiegu rekrytalizacji metadynamicznej, brak jest etapu zarodkowania. Z kolei, w materiale w którym nie zachodzi rekrytalizacja dynamiczna, po odciążeniu zachodzi rekrytalizacja statyczna. Zakończenie rekrytalizacji dynamicznej, metadynamicznej i statycznej nie kończy zmian zachodzących w strukturze materiału odkształcanego plastycznie. Zachodzi wtedy wzrost ziaren, co jest spowodowane dążeniem układu do zminimalizowania energii wewnętrznej układu poprzez zmniejszenie powierzchni właściwej granic ziaren. Opisane zmiany strukturalne scharakteryzowano na rysunku 9 wykorzystując ich wpływ na postać krzywej naprężenie-odkształcenie. Krzywa oznaczona linią przerywaną odnosi się do przypadku, gdy umocnienie materiału zostaje skompensowane procesami zdrowienia dynamicznego.

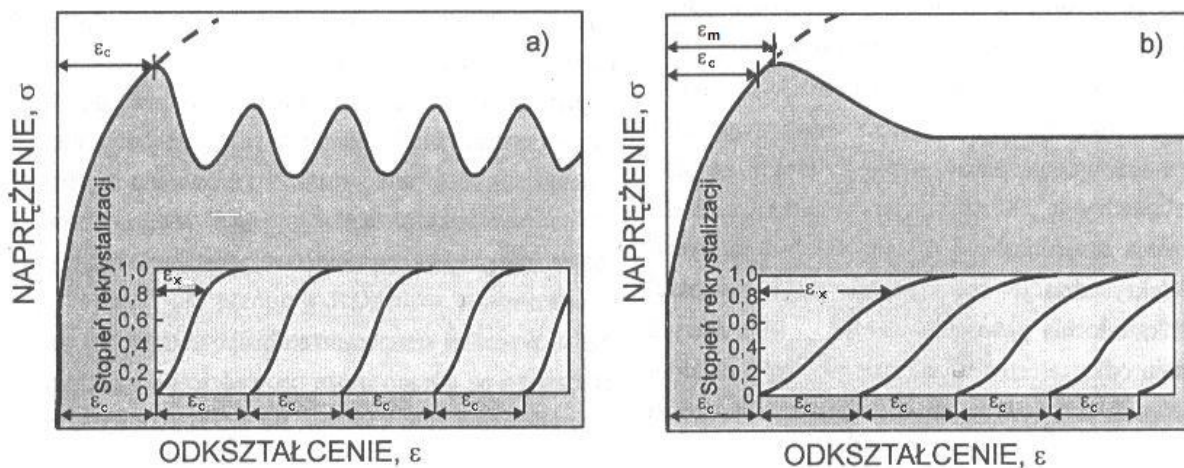


Rys.9. Związek zmian zachodzących w strukturze odkształcanego materiały z postacią krzywej naprężenie – odkształcenie [60].

Koncepcja prowadzonych badań zmierzających do przeprowadzenia procesu wyciskania stopu FeAl opierała się na założeniu, że proces rekrystalizacji dynamicznej może korzystnie wpływać na podatność tego materiału do kształtowania plastycznego. Jednak mechanizmy tego procesu są bardzo złożone i ciągle są przedmiotem badań. Luton i Sellers [61], zakładając odpowiedni przebieg umocnienia i rekrystalizacji materiału w czasie odkształcenia określili spodziewane kształty krzywych naprężenie – odkształcenie (rys.10) opisujące charakter przebiegu zjawiska rekrystalizacji. Przyjęli oni, że rekrystalizacja dynamiczna rozpoczyna się po osiągnięciu odkształcenia krytycznego ϵ_c , oraz że położenie pierwszego maksimum naprężenia uplastyczniającego ϵ_m odpowiada zrekrystalizowaniu 5% objętości materiału. Wartość ϵ_c wynosi $(0.5-0.85) \epsilon_m$ [62]. W zależności od prędkości odkształcania i temperatury, wartość odkształcenia ϵ_x w czasie trwania pojedynczego cyklu rekrystalizacji może być mniejsza od wartości ϵ_c i wtedy pojedyncze cykle odbudowy struktury wskutek rekrystalizacji będą rozdzielone cyklicznie powtarzającym się umocnieniem. W wyniku tego na krzywych naprężenie – odkształcenie występują oscylacje naprężenia uplastyczniającego. Luton i Sellers zdefiniowali mechaniczne kryterium występowania cyklicznej rekrystalizacji dynamicznej w postaci nierówności [59]:

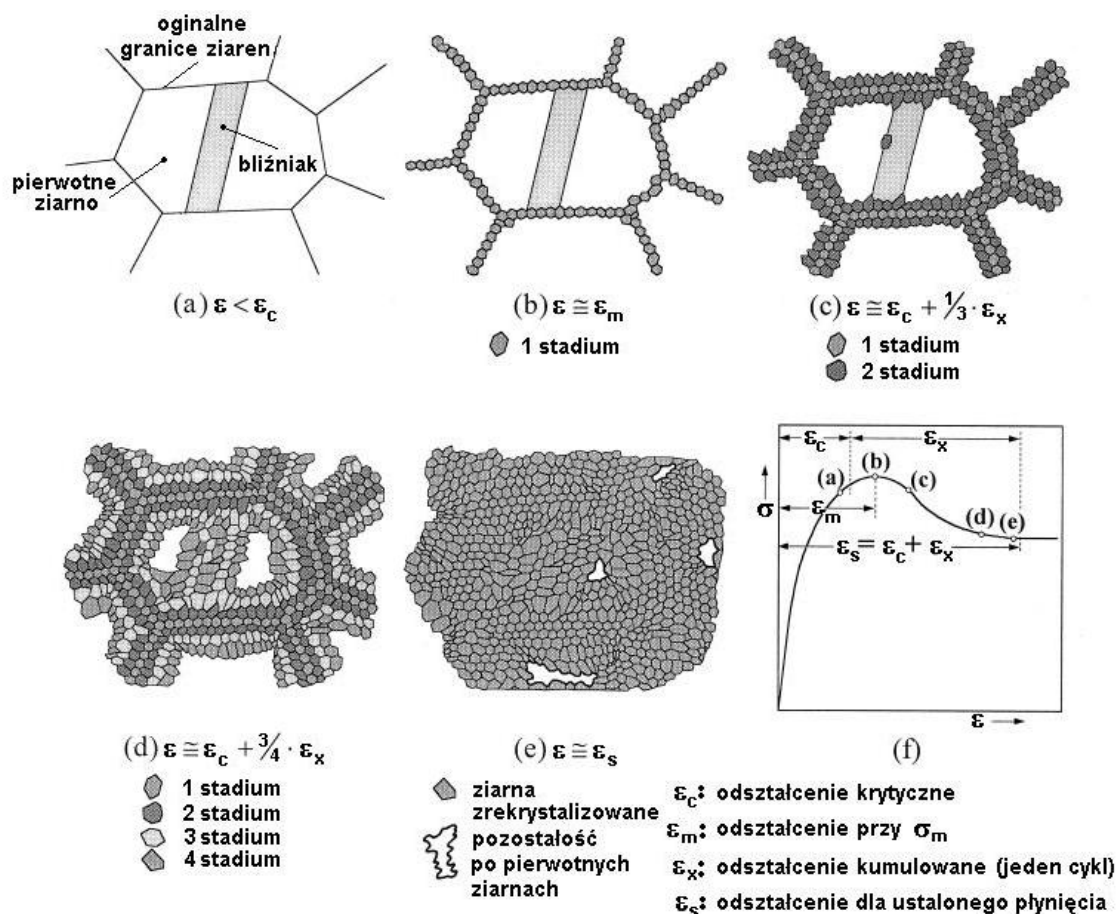
$$\epsilon_x < \epsilon_m \quad (3)$$

W przypadku dużej prędkości odkształcania, jak również w niskiej temperaturze, wartość ε_x jest znacznie większa od ε_c . Poszczególne cykle rekrytalizacji nakładają się wówczas na siebie i w efekcie zmian strukturalnych na krzywej naprężenie – odkształcenie po pierwszym maksimum naprężenia występuje ustalone płynięcie materiału.



Rys. 10. Krzywe naprężenie–odkształcenie dla okresowej (a) i ciągłej (b) rekrytalizacji dynamicznej.

Sakai sformułował kryterium strukturalne dla procesu rekrytalizacji dynamicznej. Obserwacje strukturalne przeprowadzone dla materiałów o różnej wielkości ziarna wyjściowego przeprowadzone przez tego badacza pokazały, że przebieg rekrytalizacji dynamicznej zależy od względnej różnicy wielkości ziarna materiału w stanie wyjściowym i ziarna ukształtowanego w wyniku zajścia rekrytalizacji dynamicznej. Wielkość ziarna powstałego w wyniku zajścia rekrytalizacji dynamicznej zależy wyłącznie od parametru Zener-Hollomona. W materiale o dużym ziarnie wyjściowym, pierwsze ziarna powstające w procesie rekrytalizacji, tworzą się najpierw w granicach pierwotnych ziaren. Zarodkowanie rozpoczyna się tuż przed wystąpieniem maksimum naprężenia na krzywej naprężenie – odkształcenie. Wraz ze wzrostem odkształcenia zarodkują i rozrastają się nowe ziarna a obszar zrekrystalizowanej dynamicznie struktury stopniowo obejmuje pierwotne ziarna od granic do ich środka (rys.11) [63]. Mechanizm ten w terminologii anglosaskiej nazwano mechanizmem „necklace”. Postęp rekrytalizacji dynamicznej zgodnie z tym mechanizmem powoduje wystąpienie stanu ustalonego, w którym wartość naprężenia uplastyczniającego osiąga stałą wartość σ_s zależną od parametru Zener-Hollomona (rys. 10).



Rys. 11. Mechanizm "necklace" rekrytalizacji dynamicznej [63].

W badaniach strukturalnych nie zaobserwowano zależności między wyjściową wielkością ziarna a wielkością ziarna po rekrytalizacji dynamicznej, stwierdzono jednak wpływ wielkości ziarna wyjściowego na wartość naprężenia maksymalnego σ_m [62]. Zwiększenie wartości σ_m dla materiału o większej wielkości ziarna wyjściowego wynika z mniejszej intensywności umocnienia materiału gruboziarnistego, w którym długość drogi swobodnej dyslokacji jest większa w porównaniu do materiału drobnoziarnistego. Dodatkowo efekt opóźnienia zarodkowania może wynikać z niewielkiej ilości potencjalnych miejsc zarodkowania z uwagi na mniejszą powierzchnię właściwą granic ziaren, niż w materiale drobnoziarnistym.

Cykliczna rekrytalizacja dynamiczna, powodująca wystąpienie oscylacji na krzywej naprężenie – odkształcenie występuje wtedy, gdy wyjściowa wielkość ziarna jest mniejsza od wielkości ziarna ukształtowanej w wyniku zajścia rekrytalizacji.

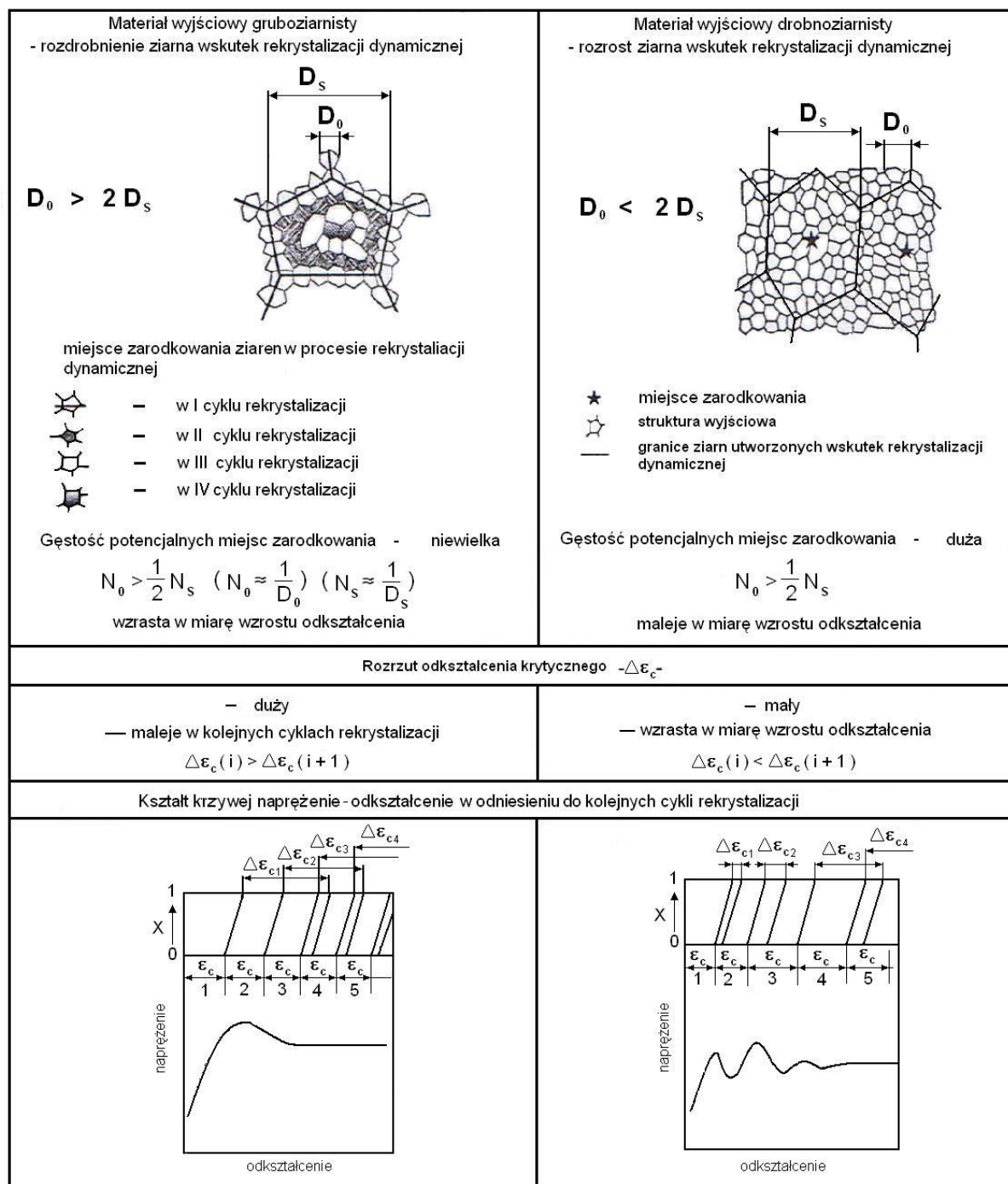
Analiza wysokotemperaturowego odkształcania w warunkach rozrostu lub rozdrobnienia ziarna wskutek dynamicznej rekrytalizacji, pozwoliła Sakai [64] sformułować kryterium występowania różnych typów rekrytalizacji dynamicznej:

$D_0 < 2D_s$ – w materiale zachodzi rekrytalizacja cykliczna

$D_0 > 2D_s$ – w materiale zachodzi rekrytalizacja ciągła

(4)

Interpretację strukturalnego kryterium dla wystąpienia różnych typów rekrytalizacji przedstawiono na rysunku 12.



Rys. 12. Strukturalne kryterium procesu rekrytalizacji dynamicznej [59,62].

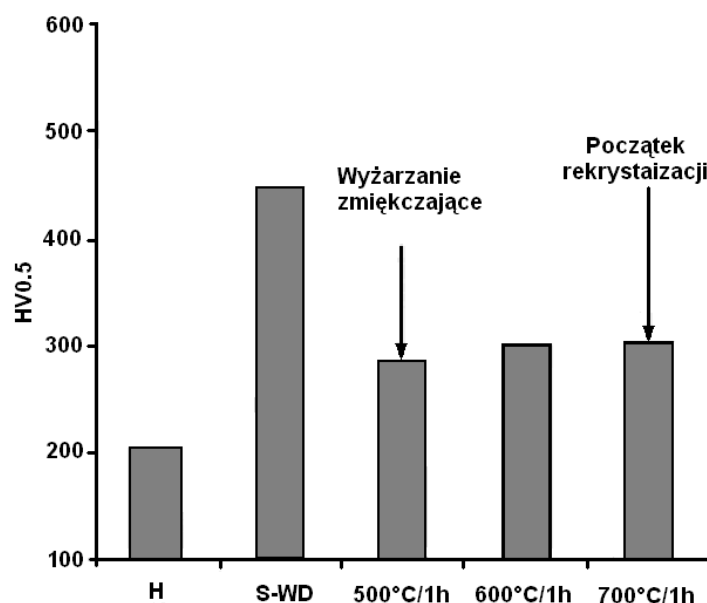
Analiza wyników otrzymanych z różnych prób odkształcania pozwala na stwierdzenie, że kryterium mechaniczne ma zastosowanie głównie w próbie skręcania, natomiast kryterium strukturalne dobrze charakteryzuje próby ściskania i rozciągania.

2.5. Synteza badań dotyczących odkształcenia stopów na bazie FeAl

Stopy FeAl w stanie po odlewaniu zwykle charakteryzują się strukturą gruboziarnistą. Odpowiednio prowadzony proces topienia i odlewania, z dobozem dodatków stopowych powoduje uzyskanie odlewu o drobnoziarnistej strukturze z przeznaczeniem do przeróbki plastycznej. Po odlaniu wlewki posiadają strukturę o wielkości ziarna około 100 μ m. Wiadomo jednak, że dopiero wielkość ziarna poniżej 50 μ m poprawia właściwości plastyczne jak i ciągliwości stopów FeAl [65,66]. Wyniki badań wskazują, że struktura podziarnowa utworzona podczas zdrowienia w polikryształach powoduje wzrost wytrzymałości i ciągliwości, jednak całkowita rekrytalizacja polikryształu wiąże się z ich obniżeniem [67]. Najczęściej stosowaną metodą otrzymania stopów FeAl jest wyciskanie na gorąco. Jednak stopy o strukturze B2 podczas odkształcenia na gorąco wykazują podatność do intensywnego rozrostu ziarna i tworzenia się silnych tekstur odkształcenia i rekrytalizacji, co ma niekorzystny wpływ na własności mechaniczne i mikrostrukturę, a w szczególności na plastyczność.

J. Bystrzycki i R.A. Varin [47,48,50,53] zastosowali niekonwencjonalną metodę umacniania materiału przy użyciu ukierunkowanej energii wybuchu. Metoda polega na detonowaniu w specjalnie przygotowanym cylindrze ładunku wybuchowego w obecności próbek FeAl. Cylinder został tak skonstruowany, aby ciśnienie wywierane na próbkę wyniosło 4,5 – 11 GPa.

Dynamiczne odkształcenie (wybuchowe S-WD) stopu powoduje duży wzrost gęstości dyslokacji w materiale. Gęstość dyslokacji jest wystarczająca do zainicjowania rekrytalizacji statycznej przy izotermicznym wyżarzaniu w temperaturach 700, 750 i 800°C. Pierwsze efekty procesu rekrytalizacji statycznej w postaci zmian twardości i rozrostu ziaren, Bystrzycki i Varin zaobserwowali już po 1 godzinnym wyżarzaniu w temperaturze 700°C (rys.13). W próbkach po dynamicznym odkształceniu poddanych wyżarzaniu stwierdzono wyższą twardość obszarów niezrekrytalizowanych. Autorzy podkreślają, że ta metoda odkształcania jest jedną z niewielu, dzięki której stop FeAl podlega procesowi rekrytalizacji.



Rys.13. Porównanie średnich wartości mikrotwardości dla stopu Fe-40at%Al-Zr-B po homogenizacji H (1000°C/10h + 400°C/100h), dynamicznym odkształceniu S-WD (6GPa), a następnie po wyżarzaniu w zakresie temperatur 500-700°C [47].

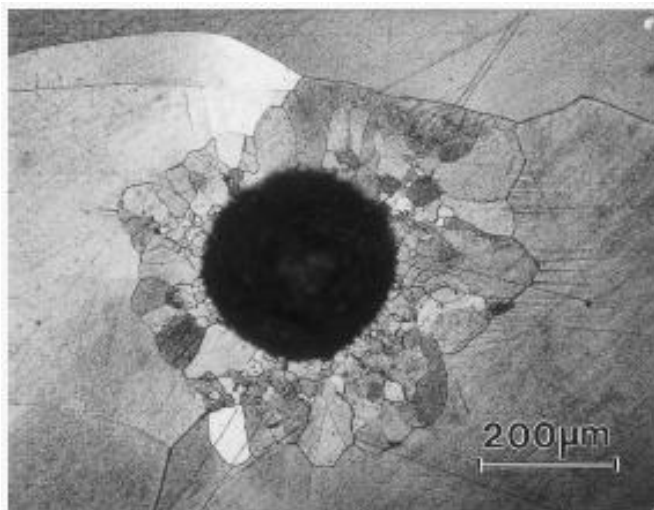
Y. Yang i I. Baker [18,19] poddali badaniom odlewnicze stopy na bazie FeAl. Badania polegały na wciskaniu w odpowiednio małe próbki wgłębnika w postaci kulki do pomiaru twardości Rockwella, a następnie określeniu temperatury, w której wokół odcisku występowała rekryształizacja.

Próbki do badań były wstępnie wyżarzane w temperaturze 1200°C przez 2 godziny w atmosferze argonu i chłodzone z piecem, a następnie wyżarzane w 400°C przez 120 godzin. Uzyskane wielkości ziaren po przeprowadzonej obróbce cieplnej zamieszczono w tabeli 1.

Tabela 1. Wielkość ziaren stopów na bazie FeAl o różnej zawartości Al, po wyżarzaniu w temperaturze 1200°C/2h, a następnie w 400°C/120h [19].

Stop at. [%]	Wielkość ziarna [μm]	Stop at. [%]	Wielkość ziarna [μm]
Fe-40Al	850	Fe-40Al-0.12B	400
Fe-43Al	650	Fe-45Al-0.12B	460
Fe-45Al	1250	Fe-50Al-0.12B	454
Fe-48Al	810		
Fe-50Al	374		

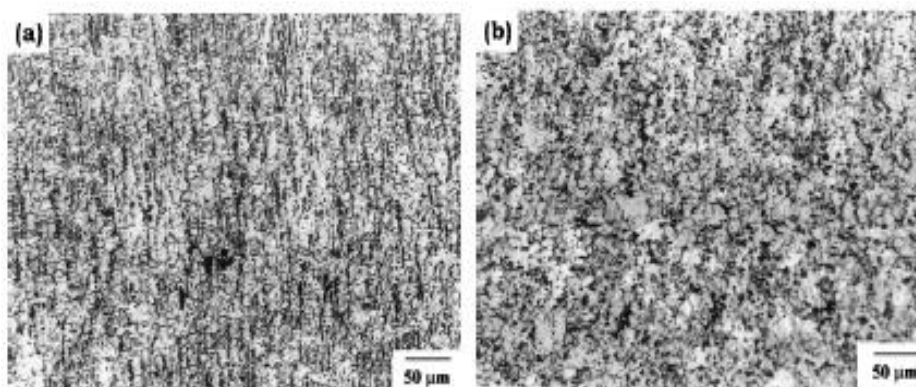
Próbki z wykonanymi odciskami kulka stalową zostały poddane jednogodzinnemu wyżarzaniu w różnych temperaturach, a następnie obserwowano, czy wokół odcisków wystąpiła odbudowa mikrostruktury wskazująca na zajście zjawiska rekrytalizacji. Obraz mikrostruktury obszaru zrekrystalizowanego wokół odcisku pokazano na rysunku 14. Po 1 godzinnym wyżarzaniu przy różnych temperaturach, stwierdzono że początek rekrytalizacji występuje w temperaturze 700°C.



Rys.14. Mikrofotografia ukazująca efekt rekrytalizacji stopu Fe-43Al wyżarzanego w temperaturze 700°C przez 1 godzinę wokół odcisku wykonanego kulka stalową [18].

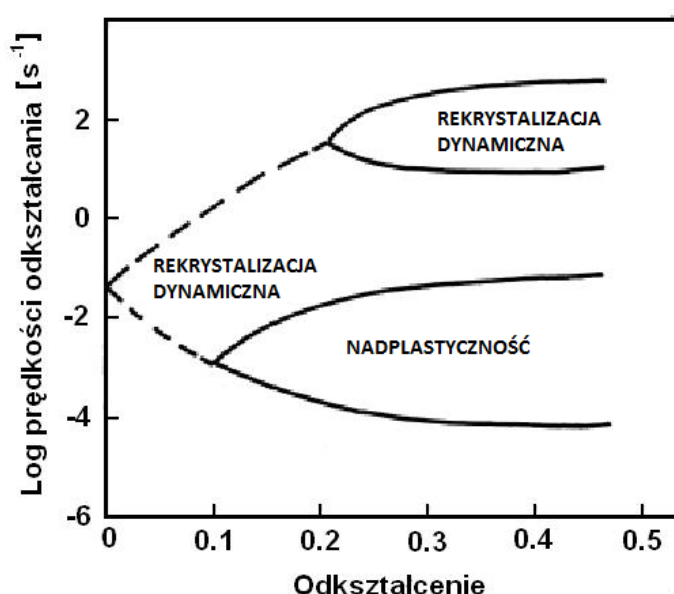
S. C. Deevi [10,68,69], P.J Maziasz [70,71], D.H. Sastry, Y. V. R. K. Prasad [72,73, 74] badali stopy uzyskane przez prasowanie na gorąco proszków w stalowej osłonie w temperaturze 1100°C metodą metalurgii proszków. Przeprowadzali próby ściskania, tak uzyskanego materiału w zakresie temperatur 600-1150°C, co 50°C, z prędkościami odkształcania w zakresie 0,001 – 100s⁻¹.

Wnioskowali, że dla małych odkształceń, poniżej 0,1 materiał podlega dynamicznej rekrytalizacji w przedziale temperatur 950-1150°C, przy prędkości odkształcania w zakresie 0,001s⁻¹-1s⁻¹. W przedziale temperatur 1000-1050°C, przy wyższych wartościach stopnia odkształcenia i prędkości odkształcania 0,001-0,1s⁻¹ materiał wykazuje nadplastyczność. W temperaturach wyższych od 1150°C i dla odkształceń powyżej 0,2 dynamiczna rekrytalizacja występuje przy prędkościach odkształcania większych od 10s⁻¹. Mikrostruktury próbek ściskanych w temperaturze 1150°C i przy dużych prędkościach odkształcania wykazują faliste bądź nieregularne granice ziaren, co może być interpretowane jako efekt postępującej rekrytalizacji dynamicznej (rys.15).



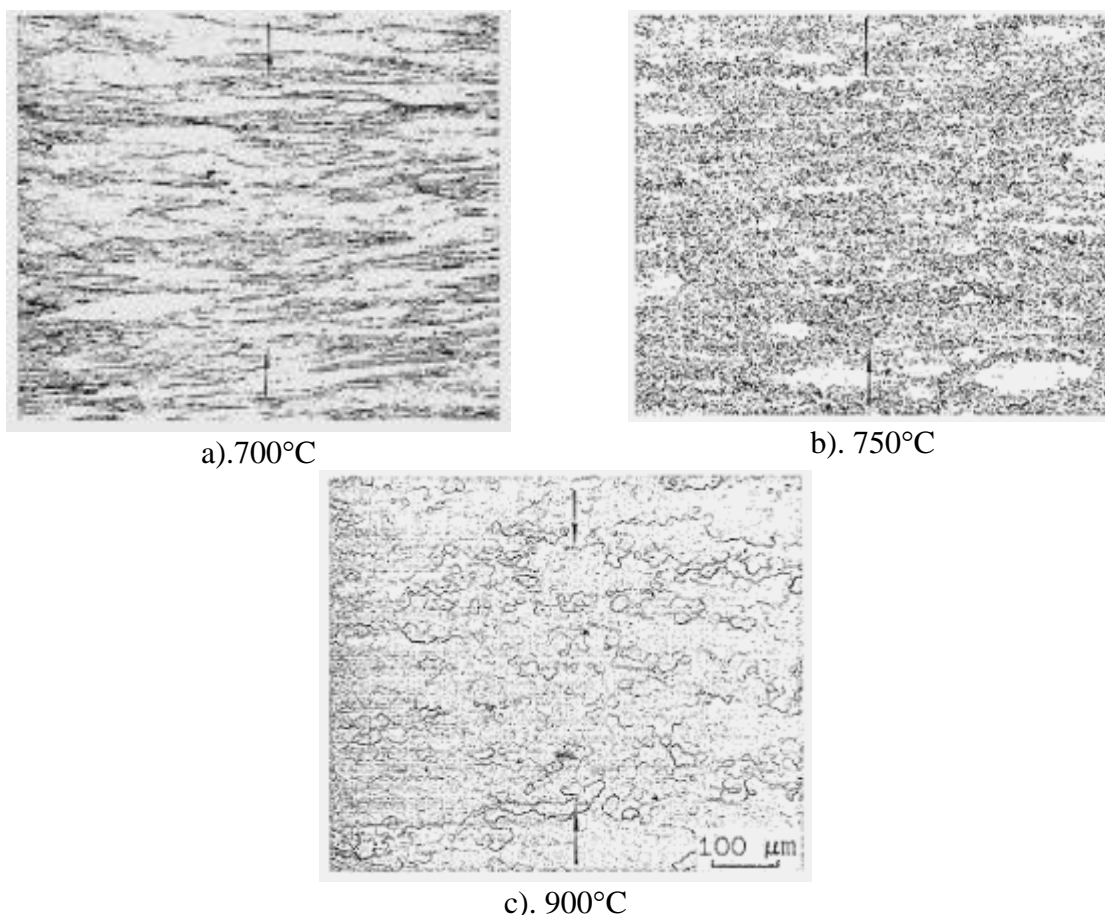
Rys.15. Mikrostruktura otrzymana dla próbki stopu aluminidku żelaza odkształconej w temperaturze 1150°C z prędkością odkształcania (a) 10 s^{-1} i 100 s^{-1} (b) (obszar DRX) [72,73].

Na rysunku 16 przedstawiono zmiany w mechanizmie odkształcenia stopów aluminidków żelaza w zależności od stopnia odkształcenia przy temperaturze 1150°C. Początkowo mikrostruktura podlega tylko dynamicznej rekrytalizacji w zakresie prędkości odkształcania $0,001\text{-}1 \text{ s}^{-1}$, co powoduje rozdrobnienie ziaren. Przy wyższych odkształceniach, w zakresie prędkości odkształcania od $10\text{-}10^3 \text{ s}^{-1}$ następuje podział na dwa obszary, odpowiadające dynamicznej rekrytalizacji i nadplastyczności. Zjawisko dynamicznej rekrytalizacji i nadplastyczności są zdecydowanie odmiennymi procesami, występują przy całkowicie różnych prędkościach odkształcania. Pierwotna wielkość ziarna ma silny wpływ na prędkość zarodkowania rekrytalizacji dynamicznej. Wnioskiem badań D.H. Sastry, Y. V. R. K. Prasad było stwierdzenie, że w warunkach pozwalających na zajście rekrytalizacji dynamicznej stop FeAl można poddać walcowaniu lub kuciu matrycowemu.



Rys.16. Diagram prezentujący zakresy występowania dynamicznej rekrytalizacji i nadplastyczności dla aluminidku żelaza odkształconego w 1150°C [72,73].

R.Imayev, E. Evngelista [12] w swojej pracy badał zjawiska dynamicznej rekrytalizacji występującej podczas odkształcania (ściskania) odlanego stopu Fe-40Al w zakresie temperatur 600-900°C, z prędkością odkształcania $6,9 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ stosując odkształcenia 10, 30, 50 i 75%. Przy użyciu mikroskopu elektronowego zaobserwowali oni, że w zakresie do temperatury 700°C stop odkształca się przez poślizg dyslokacji o wektorze $\langle 111 \rangle$, a zjawisko dynamicznej rekrytalizacji jest marginalne i obejmuje bardzo mały obszar ziaren pierwotnych. Od temperatury 750°C stop odkształca się przez poślizg dyslokacji o wektorze $\langle 100 \rangle$. Zjawisko rekrytalizacji dynamicznej zostało potwierdzone tym, iż w obszarach odkształconych ziaren pojawiły się zrekrystalizowane ziarna o średnicy nie przekraczającej 15µm. Zdjęcie na rysunku 17a z pracy [12] przedstawia pierwotne – wydłużone ziarna, prostopadłe do osi ściskania, które są jeszcze widoczne po odkształceniu w temperaturze 700°C. Na rysunku 17b widoczna jest mikrostruktura, wskazująca na zanik pierwotnych ziaren, zaś powstające nowe ziarna mają kształt równoosiowy. Po odkształceniu w temperaturze 850 i 900°C ziarna stały się wydłużone i uwidoczniła się tekstura rekrytalizacji, (rys.17c).



Rys.17. Mikrostruktura FeAl po odkształceniu 75% w różnych temperaturach: 700°C, 750°C, 900°C [12].

3. Potencjalne zastosowania intermetalików

Ze względu na doskonałe właściwości, w ostatnich latach stopy FeAl stają się coraz bardziej atrakcyjnym tworzywem do praktycznego zastosowania [13]. Ich zalety to niska gęstość, bardzo dobra odporność korozyjna w wielu środowiskach wodnych, doskonała odporność na wysokotemperaturowe utlenianie [75] i nawęglanie. Do zalet można również zaliczyć wysoką oporność elektryczną, wysoką wytrzymałość i sztywność właściwą. Największe zastosowanie stopy FeAl znajdują w przemyśle energetycznym na elementy kotłów, palników, filtrów gazowych, wymienników ciepła i rur. W przemyśle chemicznym stosowane są na narzędzia, rury i pojemniki. Wykorzystywane są również w przemyśle petrochemicznym, spożywczym i motoryzacyjnym.

Obecnie stopy FeAl znalazły zastosowanie do wytwarzania elementów konstrukcyjnych w przemyśle lotniczym, elementów układów wydechowych w samochodach czy też elementów grzejnych i armatur pieców przemysłowych. Ponadto stosuje się je w filtrach gazowych w systemach gazyfikacji węgla i w łopatkach sprężarek w silnikach strumieniowych [10]. Mając na uwadze zastosowania konstrukcyjne, największe zainteresowanie wzbudzają stopy na podstawie związków międzymetalicznych posiadające strukturę L12 i B2. Obie te struktury krystaliczne jako pochodne struktury regularnej przestrzennie centrowanej A2, spełniają kryterium plastyczności Misse'sa, a mianowicie posiadają wymaganą liczbę niezależnych systemów poślizgu do zapewnienia ciągłości procesu odkształcenia plastycznego struktury polikrystalicznej. Po raz pierwszy w przemyśle znalazły zastosowanie fazy o właściwościach magnetycznych i odporności na ścieranie ($\text{Fe}_3(\text{Si},\text{Al})$), które użyto do wytwarzania głowic magnetofonowych. Kolejny przykład, to nadprzewodzące materiały na bazie związków A15 (Nb_3Sn), stosowane do wytwarzania magnesów. Następną grupę stanowią stopy z pamięcią kształtu, które znalazły szereg praktycznych zastosowań, m.in. do wytwarzania części samochodowych, w ochronie przeciwpożarowej i w medycynie [14].

W literaturze można znaleźć wiele przykładów zastosowań stopów FeAl zarówno w postaci litej lub powłok ochronnych. Jako przykład można wymienić części samochodów, jak gniazda zaworów, pierścienie, elementy układu wydechowego i katalizatora, rolki podające części do obróbki cieplno–chemicznej, wymienniki ciepła.

Koncern Alloy Engineering & Casting Company wyprodukował dwa typy rur odlewanych odśrodkowo ze stopu FeAl, które pozytywnie przeszły testy w wysokotemperaturowym środowisku gazowym symulującym warunki pracy reformingu parowego [13].

Firma Pall Corporation wykorzystując lepszą odporność na nasiarczenie, niż stali austenitycznych, wykonała z proszku Fe_3Al wkłady do filtracji gorących gazów w turbinach gazowych. Z kolei dzięki doskonałej odporności na korozję w środowisku utleniającym i redukującym Firma Siemens wykonała obudowy ogniów paliwowych.

Znaczne środki finansowe przeznaczyła firma Philips Morris na opracowanie technologii wytwarzania folii z stopu FeAl . Badania prowadzone były w kierunku zastąpienia w przemyśle spożywczym stali austenitycznych zawierających niebezpieczny nikiel i chrom tworzywami nie zawierającymi szkodliwych składników.

Intensywnie prowadzone są badania nad możliwością implantacji jonów glinu do żelaza w celu stworzenia powłok ochronnych FeAl o grubościach rzędu mikronów a nawet nanometrów. Testowane są zawory do silników samochodowych i elementy układu wydechowego wykonane z aluminidku żelaza.

Wojskowa Akademia Techniczna prowadzi prace nad zastosowaniem stopów FeAl do wykonania części konstrukcyjnych w kotłach energetycznych w elektrociepłowniach. Obecnie testowane są łopatki niskoemisyjnego palnika typu wirowego wykonane ze stopu Fe_3Al . Łopatki te charakteryzują się bardzo dobrą odpornością na utlenianie, nasiarczenie i nawęglanie. Ponadto są dużo lżejsze niż łopatki z konwencjonalnych materiałów i wykazują dobrą odporność na zużycie ścierne i erozyjne niż stosowane dotychczas ze staliwa.

4. Teza i organizacja badań

Mimo wielu badań, które cytowano w przeglądzie literatury, mechanizmy odbudowy struktury podczas wysokotemperaturowego odkształcenia plastycznego stopów na osnowie uporządkowanej fazy FeAl nie zostały w pełni wyjaśnione. Obecność silnych wiązań koordynacyjnych w kierunku najgęstszego ułożenia atomów oraz brak płaszczyzny o zwartym heksagonalnym ułożeniu atomów, istotnie utrudniają poślizg dyslokacji w strukturze regularnej, przestrzennie centrowanej stopów FeAl. Odkształcenie plastyczne i związany z nim ruch dyslokacji zależy między innymi od składu chemicznego, temperatury i prędkości odkształcania. Stosunkowo niewiele jest danych literaturowych dotyczących badań mechanizmów wysokotemperaturowego odkształcenia FeAl. W literaturze obserwuje się duże zróżnicowanie materiału badań pod względem składu chemicznego, czy historii wytwarzania, a także warunków przeprowadzania prób (temperatura, prędkością odkształcania). Nie spotkano w literaturze wyników kompleksowych badań obejmujących procesy dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji FeAl.

Brak wiedzy dotyczącej możliwości sterowania procesami odbudowy struktury podczas odkształcania na gorąco intermetalików, skłoniły do podjęcia badań prezentowanych w obecnej pracy, których tezę sformułowano następująco:

„Model reologiczny materiału oraz charakterystyka zmian zachodzących w strukturze w wyniku zdrowienia i rekrytalizacji dynamicznej podczas procesu wysokotemperaturowego odkształcania pozwalają opracować warunki technologii procesu przeróbki cieplno – plastycznej (temperatury, stopnia i prędkości odkształcania) stopów FeAl”.

Dla potwierdzenia postawionej tezy sformułowano następujące zadania badawcze:

1. Opracowanie modelu reologicznego stopów FeAl na podstawie doświadczeń osiowosymetrycznego ściskania wykonanych z wykorzystaniem symulatora GLEEBLE 3800;
2. Badania mikrostrukturalne próbek po przeprowadzonych doświadczeniach. Przeprowadzenie obserwacji mikrostruktury metodą mikroskopii świetlnej dla określenia wielkości i kształtu ziaren oraz obserwacji udziału powierzchniowego

materiału zrekrystalizowanego w zależności od warunków odkształcenia. Obserwacje TEM struktury dyslokacyjnej stopu po zastosowaniu różnych warunków odkształcania;

3. Symulacja numeryczna procesu wyciskania z wykorzystaniem programu FORGE w oparciu o uprzednio przeprowadzone próby plastometryczne badanego stopu;
4. Zaprojektowanie i wykonanie eksperymentu obejmującego proces wyciskania badanego stopu.

Parametry przeprowadzonych prób plastometrycznych podano w tablicy 2.

Tabela 2. Warunki wysokotemperaturowej próby ściskania.

Temperatura [°C]	Stopień odkształcenia [%]	Prędkość odkształcania [s⁻¹]	Szybkość i sposób chłodzenia [°C/s]
750	30, 50, 75	0,01; 0,1; 1,0	- wraz z piecem (~10°C/sek.) - szybkość kontrolowana (1°C/sek.) - sprężone powietrze 40°C/sek
800	30, 50, 75	0,01; 0,1; 1,0	
850	30, 50, 75	0,01; 0,1; 1,0	
900	30, 50, 75	0,01; 0,1; 1,0	

Jako badania uzupełniające dla scharakteryzowania struktury stopu przeprowadzono:

1. Badania metodą rentgenowskiej analizy fazowej;
2. Badania za pomocą SEM;
3. Pomiary mikrotwardości.

Metodykę badań dobrano w ten sposób, aby wyniki bezpośredniej obserwacji zmian struktury dyslokacyjnej materiału odkształconego plastycznie powiązać ze zmianami charakteru krzywych naprężenie-odkształcenie i obserwacji metalograficznych, które są ze strukturą dyslokacyjną ściśle związane. Pozwoliło to interpretować obrazy struktury dyslokacyjnej obserwowane w skali mikro (TEM) w kontekście informacji uzyskanych metodami makroskopowymi.

W pracy dokonano analizy otrzymanych wyników badań własności wytrzymałościowych w celu przeprowadzenia symulacji procesu przeróbki plastycznej (wyciskanie). Następnie na bazie zdobytej wiedzy zaprojektowano proces przeprowadzenia rzeczywistego wyciskania badanego stopu.

5. Przygotowanie materiału do badań

Badania prowadzono na materiale w stanie odlanym, trzykrotnie przetapianym laboratoryjnie z czystych składników w próżniowym piecu indukcyjnym.

Skład chemiczny badanego materiału określono metodą analizy chemicznej na mokro, wynik przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3. Skład chemiczny materiału badań.

Zawartość pierwiastków [% wag.]									
Fe	Al	Cr	Zr	B	C	Si	P	S	O
69,67	23,35	5,64	0,57	0,022	0,05	0,06	0,013	0,002	54 [ppm]

Materiał do badań odlewano w próżni w postaci wlewków o przybliżonych wymiarach: średnicy 12mm i długości 150mm. Z wlewków metodą obróbki mechanicznej wykonano próbki o średnicy 10mm i wysokości 12mm.

Próbki do badań wysokotemperaturowego odkształcania, po nadaniu im wymaganych kształtów i wymiarów, poddane zostały obróbce cieplnej złożonej z wyżarzania ujednoladniającego w temperaturze 1000°C/72h, po którym następowało chłodzenie z piecem do temperatury 400°C, w której materiał badań przebywał przez 120 godzin, z następującym po nim chłodzeniem w powietrzu do temperatury pokojowej. Wyżarzania prowadzono w atmosferze argonu.

Próbki do badań mikrostruktury wykonane zostały z odkształconych walców o średnicy 10mm. Zgłady metalograficzne obserwowano na powierzchni bocznej, równoległej do osi odkształcania, jak również na powierzchniach czołowych (prostopadłych). Mikrostrukturę próbek ujawniono w wyniku trawienia elektrolitycznego zgładów metalograficznych w 15%-owym wodnym roztworze kwasu siarkowego stosując natężenie prądu 0,2÷0,4A w czasie 25÷120 sekund.

Próbki do rentgenowskiej analizy fazowej i pomiarów tekstury miały kształt walca o wymiarach zależnych od stopnia odkształcenia. Powierzchnie czołowe poddane działaniu wiązki rentgenowskiej przygotowano, jak do badań metalograficznych.

Pomiary mikrotwardości wykonano na powierzchniach równoległych do osi działającej siły. Powierzchnie próbek przed pomiarem szlifowano na papierach ściernych o gradacji kolejno 600 i 800, po czym polerowano na polerze rotacyjnej w wodnej zawieszinie

tlenku glinu i trawiono elektrolitycznie w celu ujawnienia struktury. Pomiaru mikrotwardości dokonywano zarówno w obszarach zrekrystalizowanych ziaren jak i niezrekrystalizowanych.

Cienkie folie do badań metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej wykonano z części pomiarowych próbek poddanych odkształceniu plastycznemu przez ściskanie o zróżnicowanym stopniu odkształcenia. Z wykorzystaniem urządzenia AUTOCOM firmy Struers i przy użyciu tarczy typu 456CA cięto odkształcone próbki na paski o grubości około 0,30mm, a następnie wycinano z nich krążki o średnicy 3mm. Zastosowano następujące parametry cięcia:

- prędkość obrotowa tarczy tnącej – 3500 obr./min.,
- przeciwbieżny obrót próbki i tarczy,
- chłodzenie wodą,
- przesuw próbki względem tarczy – 0,005mm/sek. oraz
- maksymalną czułość na zwiększenie nacisku tarczy piły na próbkę.

Krążki o średnicy 3mm ścieniano na cienkie folie przez polerowanie elektrolitycznie w 33% roztworze HNO_3 w metanolu schłodzonym do temperatury -25°C , przy napięciu 12V.

6. Metodyka badań

6.1 Badania metalograficzne

Obserwacje mikroskopowe i zdjęcia zostały wykonane przy różnych powiększeniach za pomocą mikroskopu metalograficznego NEOPHOT 2 sprzężonym z kamerą i komputerem. Średnia wielkość ziaren została określona metodą metalografii ilościowej dwoma sposobami:

➤ metoda powierzchniowa;

Pomiar na wytrawionych próbkach odbywał się w następujący sposób: na obraz badanej struktury nałożono prostokąt o znanej powierzchni rzeczywistej A_T ; następnie wyznaczono:

- liczbę ziaren całkowicie mieszczących się w analizowanej powierzchni u ;
- liczbę ziaren przeciętych przez linie ograniczające analizowanej powierzchni v pomnożono przez 0,5;
- liczbę ziaren w narożach analizowanej powierzchni w pomnożono przez 0,25.

Średnia powierzchnia ziaren została obliczona ze wzoru:

$$\bar{A} = \frac{A_T}{(u + 0,5v + 0,25w)} \quad (5)$$

➤ metoda liniowa;

Pomiar na wytrawionych próbkach odbywał się w następujący sposób: na obraz badanej struktury nałożono szereg prostych linii pomiarowych skierowanych losowo;

- mierzono i grupowano w odpowiednio przyjętych zakresach pomiarowych cięciwy, które powstały z przecięcia linii pomiarowych z przekrojami ziaren;
- zliczano liczbę punktów przecięć linii pomiarowych z granicami ziaren P ;
- określono ogólną długość linii pomiarowych L_T .

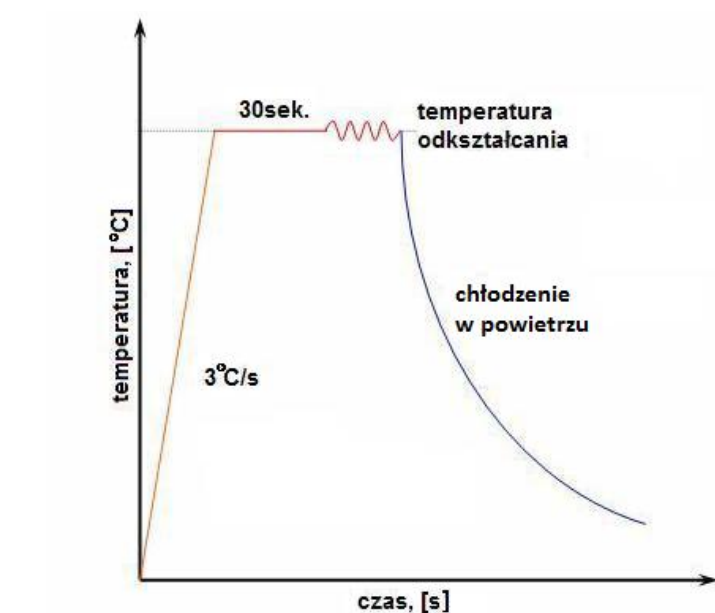
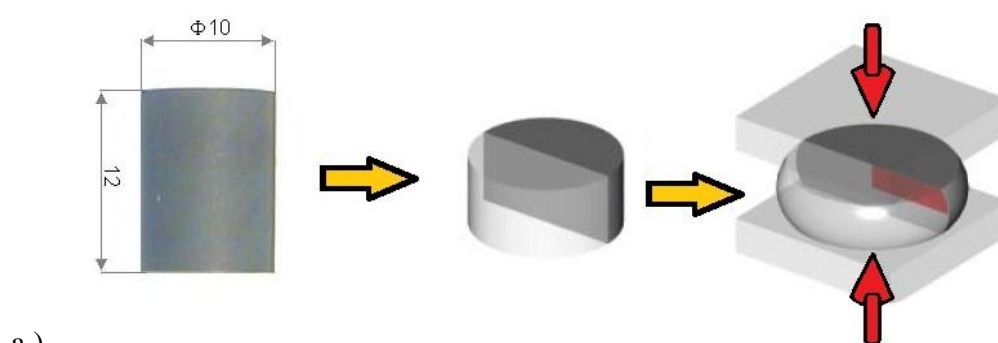
Średnia liniowa wielkość ziaren została obliczona na podstawie wzoru:

$$\bar{D}_\alpha = \frac{L_T}{P} [\mu m] \quad (6)$$

6.2 Wysokotemperaturowe ściskanie

Próbki cylindryczne poddane zostały próbie wysokotemperaturowego ściskania na symulatorze GLEEBLE 3800. W celu wyznaczenia krzywych naprężenie-odkształcenie zostały przeprowadzone badania plastometryczne. Próbkę cylindryczną o wymiarach $\emptyset 10 \times 12 \text{ mm}$ poddano ściskaniu w zakresie temperatur od 600°C do 1050°C , co 50°C i prędkościami odkształceń 0.01 s^{-1} , 0.1 s^{-1} , 1 s^{-1} . Procedurę prowadzenia testu

plastometrycznego przedstawiono na rysunku 18b. W środkowej części próbki zgrzewano termoparę w celu ciągłej kontroli temperatury w trakcie procesu odkształcania. Następnie powierzchnie czołowe smarowano siarczkiem molibdenu (MoSO_3) i przyklejono z dwóch stron folię grafitową. Pełniły one rolę smaru w celu zniwelowania tarcia pomiędzy powierzchniami próbki i kowadłami. Następnie próbkę umieszczono w komorze, która została wypełniona gazem obojętnym (argonem). Po odpompowaniu gazu i uzyskaniu próżni rzędu 0,3 milibara, rozpoczęto proces grzania z szybkością 3°C/s . Po osiągnięciu zadanej temperatury próby, próbkę wytrzymywano przez 30s w celu ustabilizowania temperatury w całej objętości. Po tym czasie rozpoczynano odkształcanie, które było zatrzymywane po osiągnięciu żądanego stopnia odkształcenia.



Rys.18.

- Wymiary próbki i zasada próby osiowosymetrycznego ściskania.
- Krzywa zmian temperatury podczas przebiegu próby ściskania.

Krzywa naprężenie-odkształcenie jest zależnością pomiędzy rzeczywistym naprężeniem σ_{rz} i odkształceniem rzeczywistym ϵ_{rz} .

$$\sigma_{rz} = F/S \text{ [MPa]}, \sigma_{rz} = f(\varepsilon_{rz}) \quad (7)$$

gdzie: S – powierzchnia rzeczywistego przekroju poprzecznego próbki, odpowiadająca danej sile ściskającej F .

Przyjmując zasadę stałej objętości odkształcanego metalu:

$$h_0 * S_0 = h * S$$

gdzie:

h, S – odpowiadają wysokości i powierzchni przekroju poprzecznego próbki odkształconej,

h_0, S_0 – odpowiadają wysokości i powierzchni przekroju poprzecznego próbki wyjściowej.

$$\sigma_{rz} = \frac{F * h}{S_0 * h_0} \quad (8)$$

Uwzględniając, że:

$$h = h_0 - \Delta h$$

$$\sigma_{rz} = \frac{F}{S_0} \left(1 - \frac{\Delta h}{h_0} \right) = \frac{F}{S_0} (1 - \varepsilon) \quad (9)$$

Odształcenie rzeczywiste w próbie ściskania określa się jako:

$$\varepsilon_{rz} = \ln \frac{h}{h_0} = \ln \frac{h_0 - \Delta h}{h_0} = \ln(1 - \varepsilon) \quad (10)$$

6.3 Modelowanie procesu ściskania próbek osiowosymetrycznych

Na podstawie otrzymanych danych z próby ściskania określono własności wytrzymałościowe. Materiał został scharakteryzowany poprzez naprężenie uplastyczniające, odkształcenie krytyczne do zapoczątkowania rekrytalizacji dynamicznej oraz naprężenie płynięcia, które zostały wyznaczone z otrzymanych wykresów. Definicję odkształcenia krytycznego, naprężenia uplastyczniającego i naprężenia płynięcia przedstawiono na rysunku 10-12. Krzywe naprężenie – odkształcenie wykorzystuje się do przeprowadzenia symulacji przeróbki plastycznej.

Aby otrzymać poprawne wyniki prowadzonej symulacji numerycznej konieczne jest posiadanie odpowiedniej wiedzy na temat badanego materiału, jak również jego oddziaływania ze stosowanymi narzędziami. Podstawowe znaczenie dla projektowania procesów przeróbki plastycznej ma znajomość krzywej naprężenie – odkształcenie przy różnych prędkościach odkształcania i temperaturach próbki. Właściwe scharakteryzowanie procesów wymiany ciepła wymaga znajomości następujących parametrów: ciepło właściwe, współczynnik przewodności cieplnej, gęstość, emisyjność, współczynnik wymiany ciepła. Parametry te są zależne od temperatury. Poprawna metodyka modelowania zależności naprężenie – odkształcenie powinna uwzględniać przeprowadzenie korekty wyników w celu wyeliminowania wpływu tarcia i nagrzewania się próbki.

Metoda uproszczona. W celu wyznaczenia rzeczywistej krzywej naprężenie – odkształcenie z prób odkształcenia najczęściej stosuje się metodę uproszczoną, polegającą na przeliczeniu wartości sił uzyskanych z pomiaru na wartości naprężenia uplastyczniającego. Do wyznaczenia rzeczywistej krzywej naprężenie – odkształcenie w osiowosymetrycznej próbie spęczania walca z uwzględnieniem wpływu tarcia można zastosować równanie:

$$\sigma_e = \frac{F_m}{S} \cdot \frac{1}{(0.8 \div 1.0) + \frac{\mu \cdot d}{3 \cdot h}} \quad (11)$$

gdzie F_m – wartość siły (pomiar), S – aktualny średni przekrój poprzeczny, $(0,8 \div 1,0)$ współczynnik korekcyjny, μ - współczynnik tarcia, d i h – aktualna średnica i wysokość próbki.

Wykorzystując metodę uproszczoną można wyznaczyć krzywą naprężenie – odkształcenie dla procesu izotermicznego. Jednak jeśli w trakcie odkształcenia temperatura materiału podlega wahaniom, nie można stosować takiego podejścia; wówczas aby wyznaczyć krzywą naprężenie – odkształcenie należy zastosować analizę odwrotną.

Metoda analizy odwrotnej. Metoda analizy odwrotnej służy do wyznaczenia współczynników krzywej naprężenie – odkształcenie w procesach przeróbki plastycznej i jest oparta o techniki optymalizacyjne [76,77]. Metoda pozwala wyznaczyć naprężenie uplastyczniające nieobciążone warunkami brzegowymi, uwzględniając zjawiska zachodzące w materiale, takie jak lokalizacja i anizotropia odkształcenia plastycznego, zmiany temperatury, czy też dokładnie zjawisko tarcia. Do rozwiązania zadania bezpośredniego w analizie odwrotnej najczęściej stosowana jest metoda elementów skończonych [78,79].

Dla każdego procesu przeróbki plastycznej materiału model matematyczny można zapisać w postaci układu równań:

$$\mathbf{d} = F(\mathbf{x}, \mathbf{p}), \quad F: R^l \rightarrow R^k \quad (12)$$

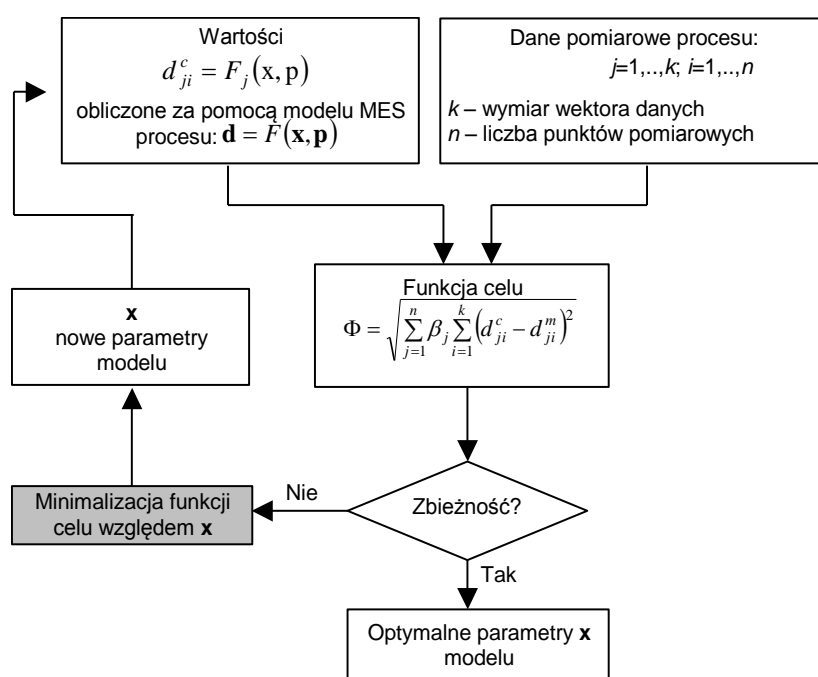
gdzie: $\mathbf{d} = \{d_1, \dots, d_r\}$ – wektor mierzalnych parametrów wyjściowych, $\mathbf{x} = \{x_1, \dots, x_l\}$ – wektor parametrów modelu, $\mathbf{p} = \{p_1, \dots, p_k\}$ – wektor zmiennych procesu.

Wektor parametrów wyjściowych \mathbf{d} najczęściej stanowią siły mierzone w trakcie próby plastometrycznej, kształt próbki po odkształceniu, ewentualnie przy warunkach brzegowych są to temperatury zmierzone podczas procesu. Wektorem parametrów modelu \mathbf{x} są współczynniki krzywej naprężenie – odkształcenie względnie funkcji opisującej współczynnik albo czynnik tarcia, lub przewodność cieplną. Składowym wektora zmiennych procesu \mathbf{p} są najczęściej: wielkość i prędkość odkształcenia, nominalna temperatura próby, temperatura narzędzi oraz temperatura otoczenia.

Celem analizy odwrotnej jest wyznaczanie optymalnych wartości składowych wektora \mathbf{x} , dla których można uzyskać minimalne odległości między wektorami zmierzonymi \mathbf{d}^m (uzyskanymi z pomiarów) a obliczonymi \mathbf{d}^c (za pomocą metody elementów skończonych). Dla określenia najlepszej zbieżności między tymi wektorami wprowadzono pojęcie „funkcji celu”. Postać funkcji celu może być różna w zależności od jej szczególnego zastosowania, ale ogólnie można ją zdefiniować za pomocą równania:

$$\Phi(\mathbf{x}) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \beta \left[\frac{\mathbf{d}_i^c(\mathbf{x}, \mathbf{p}) - \mathbf{d}_i^m}{\mathbf{d}_i^m} \right]^2} \quad (13)$$

gdzie: β_i – współczynniki wagi ($i = 1 \dots n$), n – liczba punktów obliczeniowych. Ogólny schemat blokowy metody odwrotnej przedstawiono na rysunku 19.



Rys.19. Schemat blokowy metody odwrotnej.

Zastosowanie takiego podejścia jest bardzo czasochłonne, ponieważ po każdej zmianie wektora parametrów procesu \mathbf{x} (np. współczynników równania konstytutywnego) konieczne jest wykonanie obliczeń od samego początku. Jest to tak zwana „pełna analiza odwrotna”.

W większości przypadków, dla których jest stosowana ta metoda, nie ma innej możliwości wyznaczenia nieznanych parametrów procesu \mathbf{x} . Natomiast w pewnych przypadkach opłacalne jest zmodyfikowanie tej metody. Wówczas metodę tę określa się mianem „wstępnej analizy odwrotnej”.

Wstępna analiza odwrotna. W pewnych sytuacjach wystarczające jest zastosowanie wstępnej analizy odwrotnej [76,77]. Zaliczyć do nich można osiowosymetryczne spęczanie walca lub pierścienia oraz podobne próby. Idea tej metody polega na przeprowadzeniu optymalizacji dla kolejnych kroków spęczania. W porównaniu do pełnej analizy odwrotnej, gdzie obliczenia wykonywane są do końca, dla każdego zestawu parametrów \mathbf{x} , we wstępnej analizie odwrotnej korektę przeprowadza się w każdym kroku obliczeniowym (dla konkretnej wartości odkształcenia) i po uzyskaniu zbieżności przechodzi się do następnego kroku. Za pomocą tej metody można wyznaczyć te parametry, które zmieniają się w trakcie odkształcenia, np. wartość naprężenia.

Na początku wczytywane są siły mierzone w rzeczywistym procesie F_m . Następnie przeprowadzane są obliczenia dla 1 kroku, w taki sposób, że najpierw obliczana jest wartość naprężenia dla danego odkształcenia wg wzoru $\sigma_e = \frac{F_m}{S}$, a następnie obliczana jest siła dla danego odkształcenia F_c , która jest porównywana z wartością F_m . Jeżeli wartości te są różne i nie mieszczą się w granicach założonego błędu pomiarowego (np. w wyniku działania tarcia i/lub chłodzenia) wówczas wprowadza się następującą korektę:

$$\sigma = a\sigma_e \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_n} \right)^m \exp \left[\frac{Q_{def}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_n} \right) \right] \quad (14)$$

gdzie:

a – współczynnik korekcyjny, na początku przyjmowany jako 1;

$\dot{\varepsilon}$ i T – prędkość odkształcenia i temperatura dla danego punktu w próbce;

$\dot{\varepsilon}_n$ i T_n – nominalne wartości prędkości odkształcenia i temperatury;

Q i m – energia aktywacji i współczynnik wrażliwości na prędkość odkształcenia (stałe materiałowe).

W rozpatrywanym przypadku funkcja celu modyfikowana jest do postaci:

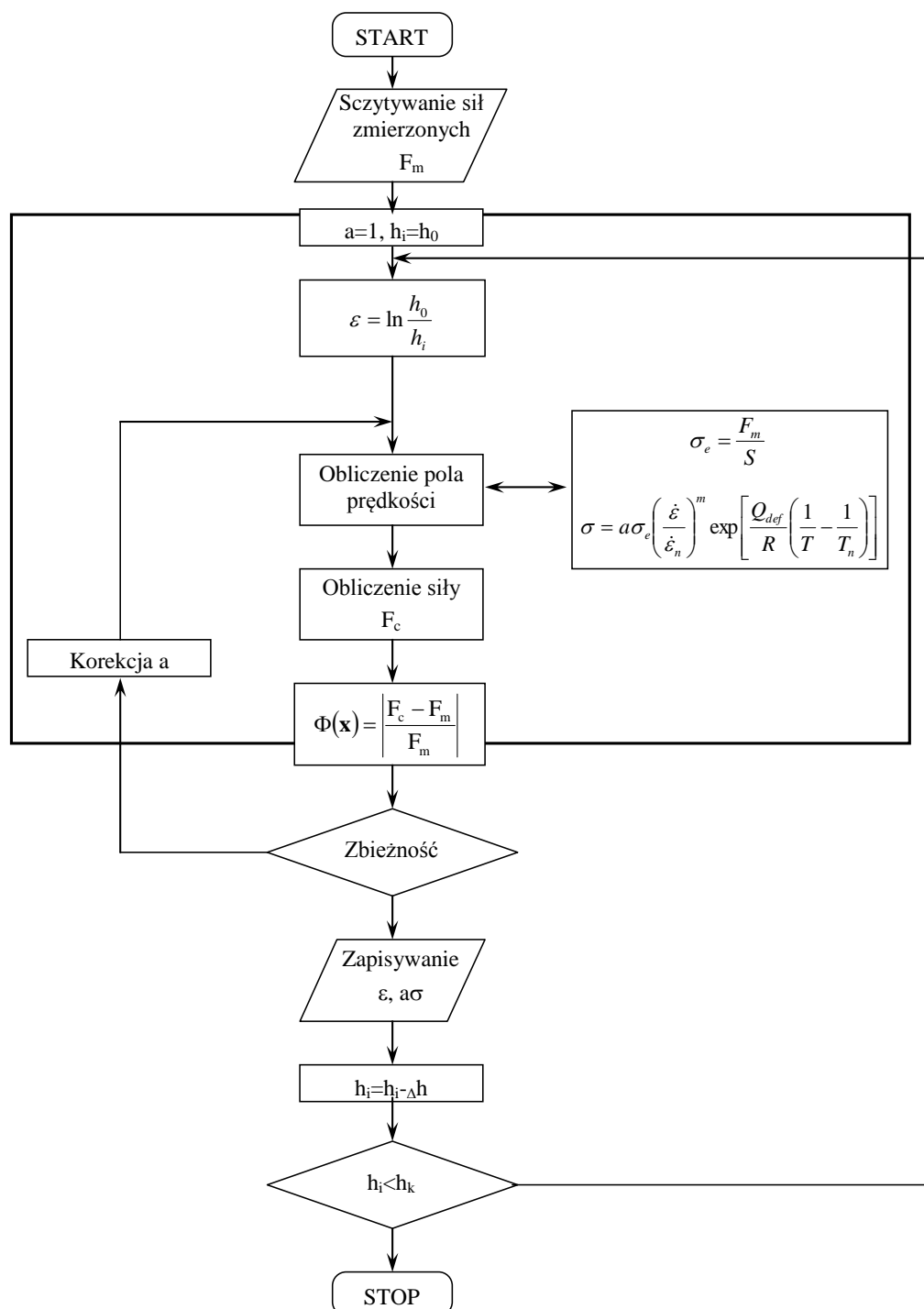
$$\Phi(\mathbf{x}) = \left| \frac{F_c - F_m}{F_m} \right| \quad (15)$$

W momencie uzyskania odpowiedniej zgodności (minimalna wartość funkcji celu) zapisywany jest wynik dla danego kroku i następuje przejście do następnego kroku.

W końcowym wyniku uzyskujemy rozkład wartości naprężenia w postaci tabelarycznej dla zadanych nominalnych wartości prędkości odkształcenia i temperatury.

Zaletą tego podejścia jest bardzo szybkie wyznaczenie krzywej naprężenie – odkształcenie. Wadą zaś jest zależność energii aktywacji i współczynnika wrażliwości na prędkość odkształcenia od wartości wyznaczonych w poprzednim kroku, oraz niepełne uwzględnienie nierównomiernego rozkładu odkształcenia w wyniku działania tarcia. W

wyniku dopasowania uzyskana krzywa napężenie – odkształcenie niemal idealnie pokrywa się z rzeczywistą. Schemat blokowy działania programu wykorzystującego wstępną analizę odwrotną pokazano na rysunku 20.



Rys.20. Schemat blokowy wstępnego analizy odwrotnej.

Metoda analizy wyników badań doświadczalnych (próby plastometrycznej) zostanie przedstawiona na przykładzie obliczeń wykonanych programem Opty-Axi [76].

Program Opty-Axi pozwala na:

- obróbkę danych doświadczalnych (odrzućanie zbędnych danych pomiarowych, wygładzenie i filtrowanie danych pomiarowych do 100 punktów pomiarowych),
- wyznaczenie energii aktywacji, jak również współczynnika wrażliwości na prędkość odkształcenia,
- wyeliminowanie wpływu współczynnika tarcia, nierównomierności pól temperatury i prędkości odkształcenia na naprężenie uplastyczniające, oraz zapisanie krzywej naprężenie – odkształcenie przy nominalnych wartościach prędkości odkształcenia i temperatury.
- optymalizację parametrów równania reologicznego w oparciu o dane pomiarowe (zmiany siły w funkcji położenia narzędzia).

Za pomocą programu Opty-Axi można w bardzo łatwy sposób przeprowadzić redukcję danych pomiarowych zapisanych podczas próby plastometrycznej (np. wyeliminowanie wszystkich zbędnych danych oprócz samego momentu odkształcenia). Program posiada zaimplementowaną empiryczną metodę wyznaczania średniej energii aktywacji i współczynnika wrażliwości naprężenia uplastyczniającego na prędkość odkształcenia, dla całego zakresu badań doświadczalnych.

Do wyznaczenia krzywej naprężenie – odkształcenie dla nominalnych wartości prędkości odkształcenia i temperatury używana jest wstępna analiza odwrotna, natomiast dopasowanie współczynników równania konstytutywnego odbywa się z zastosowaniem algorytmu pełnej metody odwrotnej.

W badaniach własnych modelowanie krzywych naprężenie – odkształcenie przeprowadzono w oparciu o zależność model CEMEF [80]:

$$\sigma_p = \sqrt{3} \left[W K_0 \dot{\epsilon}^n \exp\left(\frac{\beta}{T}\right) + (1-W) K_{sat} \exp\left(\frac{\beta_{sat}}{T}\right) \right] (\sqrt{3}\epsilon)^m \quad (16)$$

$$W = \exp(-R_0 \epsilon)$$

gdzie:

m, n, R_0 , K_0 , K_{sat} , β_{sat} , β – współczynniki, ϵ – odkształcenie, $\dot{\epsilon}$ – prędkość odkształcenia, T – temperatura [K].

6.4 Opis modeli w programie FORGE wykorzystanych podczas symulacji przeróbki plastycznej

Program FORGE opiera się na metodzie MES. Do rozwiązania układu równań stosowana jest metoda wariacyjna. W programie tym stosuje się różne modele, między innymi mechaniczny oraz cieplny.

Model mechaniczny ma zastosowanie do wyznaczenia rzeczywistego pola prędkości przemieszczenia z warunku minimalizacji funkcjonału:

$$J(v) = \int_V \frac{K}{m_v + 1} (\sqrt{3} \dot{\epsilon})^{m_v + 1} dV + \int_s \frac{\alpha K}{p_v + 1} |\mathbf{v}_s|^{p_v + 1} dS + \frac{1}{2} \lambda \int_V K (\dot{\epsilon}_{ij})^2 dV \quad (17)$$

gdzie: K – konsystencja, m_v – wykładnik reprezentujący wrażliwość na prędkość odkształcenia, $\dot{\epsilon}$ – prędkość odkształcenia, α – współczynnik lub czynnik tarcia, p_v – wrażliwość na prędkość poślizgu, \mathbf{v}_s – wektor prędkości poślizgu między materiałem a narzędziem, λ – stała kary, $\dot{\epsilon}_{ij}$ – tensor prędkości odkształcenia.

Do opisu właściwości materiału wykorzystano prawo płynięcia Nortona-Hoffa w postaci:

$$\sigma_{ij} = \frac{2K}{(3\dot{\epsilon})^{1-m_v}} \dot{\epsilon}_{ij} \quad (18)$$

Konsystencja K w tym prawie jest zdefiniowana następująco:

$$K = \frac{\sigma_p}{(\sqrt{3})^{m_v + 1} \dot{\epsilon}^{m_v}} \quad (19)$$

Warunki tarcia definiowane są za pomocą połączonego prawa tarcia Coulomba i Treski.

$$\tau = \min(\tau_{Coulomb}, \tau_{Treska}) = \min\left(\mu p \frac{|\mathbf{v}_s|}{|\mathbf{v}_s|}; m \frac{\sigma_p}{\sqrt{3}} \frac{|\mathbf{v}_s|}{|\mathbf{v}_s|}\right) \quad (20)$$

gdzie: μ , m – współczynnik i czynnik tarcia, p – nacisk jednostkowy, v_s – prędkość poślizgu między wsadem a narzędziem.

Do przewidywania prawdopodobieństwa inicjowania pęknięć wykorzystywano kryterium Cockroft – Latham. Po przekroczeniu wyznaczonej wartości kryterium C_{cr} w materiale zachodzi proces pęknięcia.

$$C_{cr} = \int_0^{\bar{\epsilon}_f} \frac{\sigma_{max}}{\bar{\sigma}_{pl}} d\bar{\epsilon}_{rz} \quad (21)$$

gdzie: σ_{max} – maksymalne rozciągające naprężenie, σ_{pl} – naprężenie rzeczywiste (naprężenie uplastyczniające), ϵ_f – wartość odkształcenia w momencie pęknięcia, ϵ_{rz} – odkształcenie rzeczywiste (logarytmiczne).

W modelu cieplnym w programie FORGE 2D standardowo stosowany jest moduł izotermiczny, ale do obliczeń cieplno-mechanicznych istnieje możliwość włączenia pełnego modelu cieplno-mechanicznego, który uwzględnia zmiany temperatury. Zmiany temperatury są obliczane zgodnie z następującym warunkiem:

$$\rho \cdot c \cdot \frac{\Delta T}{\delta t} = \operatorname{div} (k \cdot \operatorname{grad} T) + \dot{W} \quad (22)$$

gdzie: ρ – gęstość materiału, c – ciepło właściwe, T – temperatura, t – czas, k – współczynnik przewodzenia ciepła, W – wewnętrzne rozpraszanie energii.

Generowanie ciepła podczas przeróbki plastycznej można obliczyć na podstawie równania:

$$\dot{W} = \eta \cdot \sigma_{ij} \cdot \dot{\varepsilon}_{ij} = \eta \cdot K \sqrt{3} \dot{\varepsilon}^{m_v+1} \quad (23)$$

gdzie: η – jest wydajnością odkształcenia.

Oprócz wydzielania ciepła wskutek odkształcania materiału, jego temperatura wzrasta również w wyniku występowania zjawiska tarcia między wsadem a narzędziem. Wartość energii wydzielającej się wskutek tarcia można wyznaczyć za pomocą równania:

$$\Phi_{fr} = \frac{b_1}{b_1 + b_2} \cdot \alpha \cdot K \cdot |\mathbf{v}_s|^{p_v+1} \quad (24)$$

gdzie: b – efuzyjność (aktywność cieplna) ciała, α – współczynnik tarcia.

Wartość efuzyjności ciała liczona jest według wzoru:

$$b = \sqrt{k \cdot \rho \cdot c} \quad (25)$$

Zmianę energii w wyniku promieniowania można wyznaczyć z zależności:

$$\Phi_r = \sigma_r \cdot \varepsilon_r \cdot (T^4 - T_o^4)$$

gdzie σ_r i ε_r – stała Stefana – Boltzmana oraz współczynnik emisyjności, T_o – temperatura otoczenia.

Zmiana energii wskutek konwekcji wyznaczana jest z równania:

$$\Phi_k = h \cdot (T - T_o) \quad (26)$$

gdzie h – współczynnik wymiany ciepła.

6.5 Pomiar mikrotwardości

Dla oddzielenia i identyfikowania obszarów zrekrytalizowanych i niezrekrytalizowanych przeprowadzono pomiary zmian twardości w zależności od temperatury, prędkości i stopnia odkształcenia. *Pomiar mikrotwardości* wykonywano metodą Vikers'a przy obciążeniu 1,5696 N w czasie 15 – 20 sekund. Bezpośrednio przed pomiarem, powierzchnię próbki polerowano do uzyskania połysku, a następnie trawiono elektrolitycznie w celu ujawnienia struktury. Na przekroju poprzecznym próbki wykonano ponad 20 odcisków.

Wartość mikrotwardości oblicza się ze wzoru:

$$\mu HV = 0,102 \cdot 1,854 (F / d^2) = 0,189 (F / d^2) \quad (27)$$

gdzie: F – obciążenie w N, $d = (d_1 + d_2)/2$ – średnia arytmetyczna przekątnych odcisku w [mm].

6.6 Rentgenowska jakościowa analiza fazowa

Analiza chemiczna daje informacje o ilościowej zawartości poszczególnych pierwiastków w badanym stopie, ale bez możliwości określenia w jakich związkach krystalicznych występują atomy tych pierwiastków. W celu określenia i zidentyfikowania występujących w próbkach faz krystalicznych przeprowadzono badania metodą rentgenowskiej analizy fazowej [81].

Każda faza polikrystaliczna daje charakterystyczny dyfraktogram z określonymi położeniami i natężeniami linii dyfrakcyjnych. Dyfraktogram przedstawiono w postaci zależności natężenia linii od kąta 2θ . Jeżeli w stopie znajduje się wiele faz wówczas dyfraktogram jest sumą dyfraktogramów faz będących w jego składzie. Położenie maksimum intensywności linii określa prawo Bragga.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (28)$$

W celu identyfikacji faz polikrystalicznych wykorzystano licznikową technikę rejestracji. W badaniach wykorzystano dyfraktometr polikrystaliczny. Posługując się równaniem Bragga i znając kąt θ oraz długość fali λ , obliczono wartości odległości międzypłaszczyznowych d_{hkl} . Zależności między kątem θ a wartością d_{hkl} przy znanym λ , są stabelaryzowane i zawarte w kartach ASTM. Względne natężenie refleksów oszacowano jakościowo w stosunku do najsilniejszej linii występującej na rentgenogramie.

6.7 Dyfraktometryczna metoda wyznaczania tekstury

Do wyznaczenia tekstury odkształcenia wykorzystano metodę dyfraktometryczną, technikę odbiciową (refleksyjną), którą opracował L.G.Schulz [81]. Aby móc opisać teksturę odkształcania należy określić symbol płaszczyzny $\{hkl\}$ i kierunek $\langle uvw \rangle$, które leżą w płaszczyźnie i kierunku walcowania. Wykorzystując tę technikę można uzyskać figury biegunowe. Rejestracja natężenia refleksu dyfrakcyjnego była prowadzona po tej stronie próbki, na którą padały promienie pierwotne.

Po odczytaniu z wykresu kątów α i β , przy znanej szybkości ich zmiany oraz prędkości przesuwu taśmy rejestratora zostało oznaczona początkowa orientacja położenia próbki na taśmie. Umożliwiło to przyporządkowanie każdemu miejscu na wykresie odpowiedniego ustawienia próbki. Skorzystano ze wzoru Schulza uwzględniającego zmianę kąta α :

$$\frac{J_{\alpha=90}}{J_{\alpha}} = \frac{1 - \exp\left(-\frac{2\mu d}{\sin \theta}\right)}{1 - \exp\left(-\frac{2\mu d}{\sin \theta \cdot \sin \alpha}\right)} \quad (29)$$

gdzie: $J_{\alpha=90}$ – natężenie refleksu w położeniu $\alpha=90^\circ$, J_{α} – natężenie refleksu przy obrocie próbki, $\alpha \neq 90^\circ$, μ – liniowy współczynnik absorpcji próbki, d – głębokość wnikanie promieni rentgenowskich w próbkę przy $\alpha=90^\circ$, θ – kąt odbłyску.

6.8 Mikroskopia skaningowa (SEM)

Techniką dyfrakcji mikroskopii skaningowej zbadano jednorodność składu chemicznego stopu w celu uwzględnienia ewentualnego wpływu niejednorodności na proces odkształcania a tym samym na kształt charakterystyk płynięcia. Obrazy i analizy EDS uzyskano z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego firmy JEOL JSM6480.

6.9 Transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM)

Celem badań przeprowadzonych przy użyciu mikroskopu transmisyjnego elektronowego było scharakteryzowanie zmian struktury dyslokacyjnej towarzyszących zjawiskom dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji. Przedmiotem obserwacji był charakter tworzących się struktur dyslokacyjnych w procesie wysokotemperaturowego odkształcania. Ponadto skupiono się na identyfikacji pasm zlokalizowanego odkształcania biorących udział w odkształceniu plastycznym badanego materiału. Właściwe uzasadnienie postawionej tezy jest możliwe dzięki wynikom uzyskanym z badań transmisyjnej mikroskopii elektronowej.

Badania prowadzono za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEM-3010 przy napięciu przyspieszającym 150 kV. Próbki do badań wycięto z próbek odkształcanych w skrajnych warunkach prób opisanych w tabeli 2. Obserwowano strukturę dyslokacyjną materiału odkształconego w temperaturze 750°C i 900 °C, odkształconych z prędkościami $\dot{\epsilon}=0.01\text{s}^{-1}$ i $\dot{\epsilon}=1.0\text{s}^{-1}$.

7. Wyniki badań

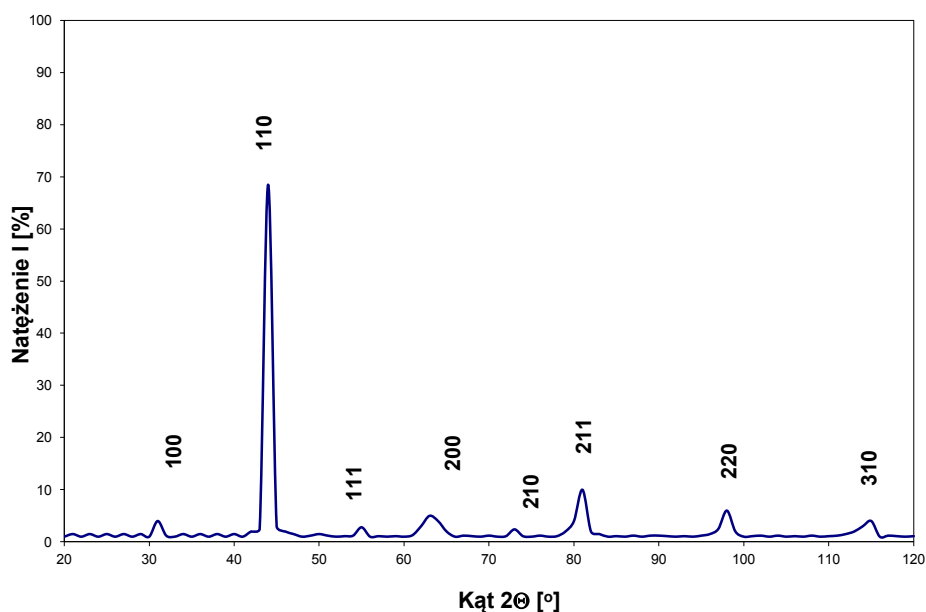
7.1. Rentgenowska analiza fazowa

Rentgenowska analiza fazowa została przeprowadzona na próbkach po obróbce cieplnej obejmującej wyżarzanie ujednorodniające w temperaturze 1000°C/72h oraz wyżarzanie niskotemperaturowe w temperaturze 400°C. Celem drugiego etapu obróbki cieplnej było usunięcie nierównowagowych wakansów z sieci krystalicznej materiału do badań. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej zamieszczono w tabeli 4.

Analiza wykazała, że badany stop Fe-40Al-5Cr-0,2Zr-0,02B posiada strukturę jednofazową FeAl – typ sieci B2.

Tabela 4. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej.

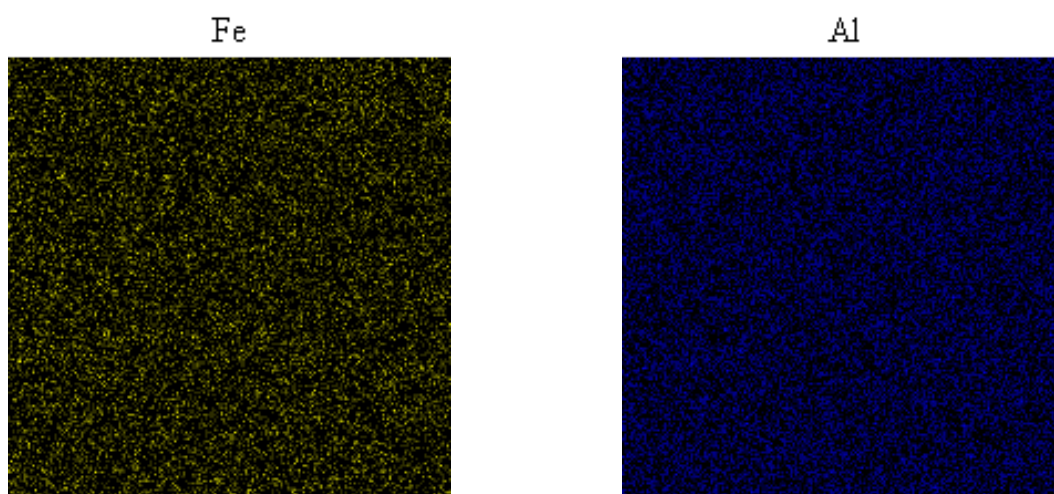
Rentgenogram doświadczalny			Karta ASTM – typ sieci B2			
θ	I	Obliczone d_{hkl} [Å]	FeAl (1 – 1257)			
			Lp.	d [Å]	I	hkl
15°40'	4	2,90	1	2,89	12	100
21°10'	100	2,04	2	2,04	100	110
27°50'	3	1,67	3	1,67	4	111
31°70'	8	1,45	4	1,45	8	200
36°50'	3	1,30	5	1,30	3	210
40°60'	16	1,18	6	1,18	20	211
48°80'	9	1,02	7	1,03	2	220
56°30'	6	0,93	8	0,92	2	310

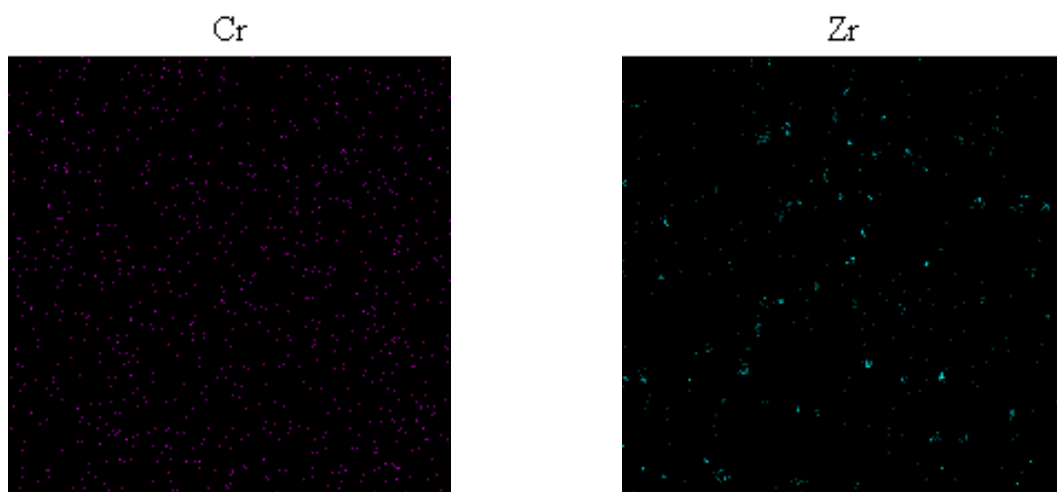


Rys.21. Dyfraktogram rentgenowskiego promieniowania charakterystycznego próbki wstanie po odlaniu.

Położenie i natężenie refleksów na uzyskanym dyfraktogramie są charakterystyczne dla fazy FeAl zgodnie z danymi zawartymi w karcie ASTM (1 – 1257), (rys.21). Na tej podstawie można stwierdzić, że badany stop jest stopem jednofazowym.

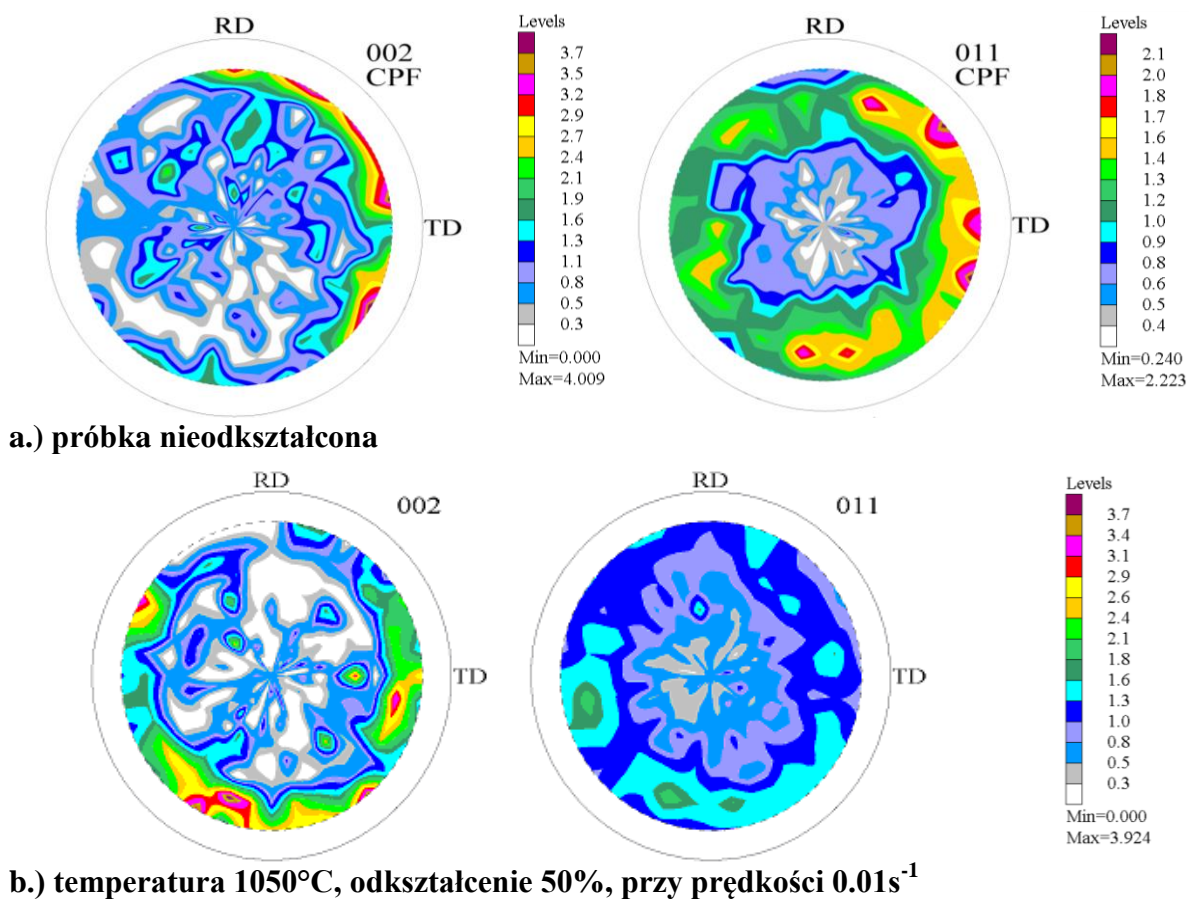
Metodą mikroanalizy elektronowej (SEM) potwierdzono, że badany stop jest jednorodny pod względem składu chemicznego. Nie zaobserwowano segregacji pierwiastków, która mogłaby mieć wpływ na proces odkształcania i kształt charakterystyk krzywych naprężenie-odkształcenie. Rozkład pierwiastków na obrazach z analiz EDS uzyskanych na mikroskopie skaningowym przedstawiono na rysunku 22.





Rys.22. Rozkład pierwiastków w badanym materiale.

W kolejnym etapie badano wpływ temperatury, stopnia odkształcenia i prędkości odkształcania na zmiany natężeń intensywności biegunów i ich położenie na figurach biegunowych. Dla przykładu na rysunku 23 przedstawiono figury biegunowe próbki nieodkształconej i po odkształceniu w 1050°C. Nie stwierdzono aby proces odkształcania spowodował stekstrowanie próbek.

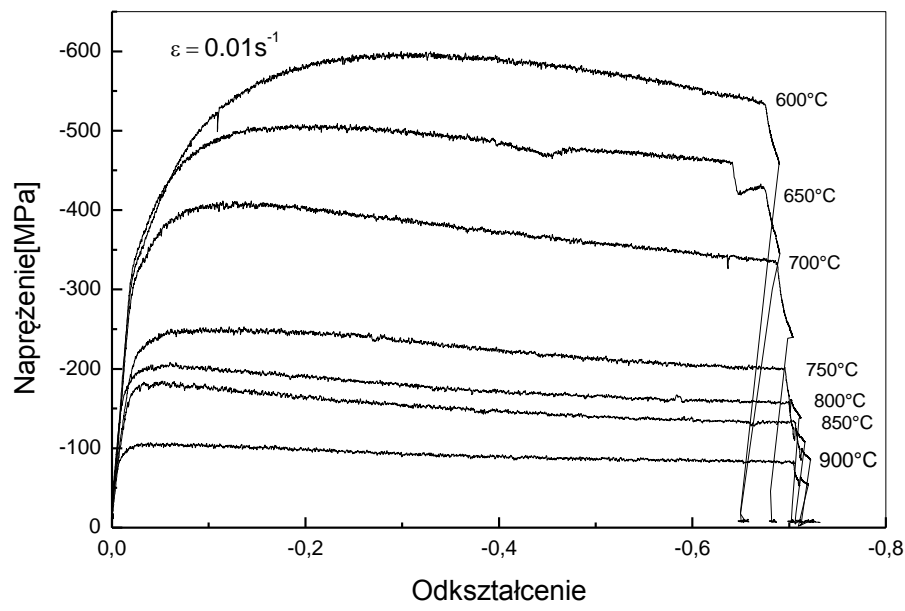
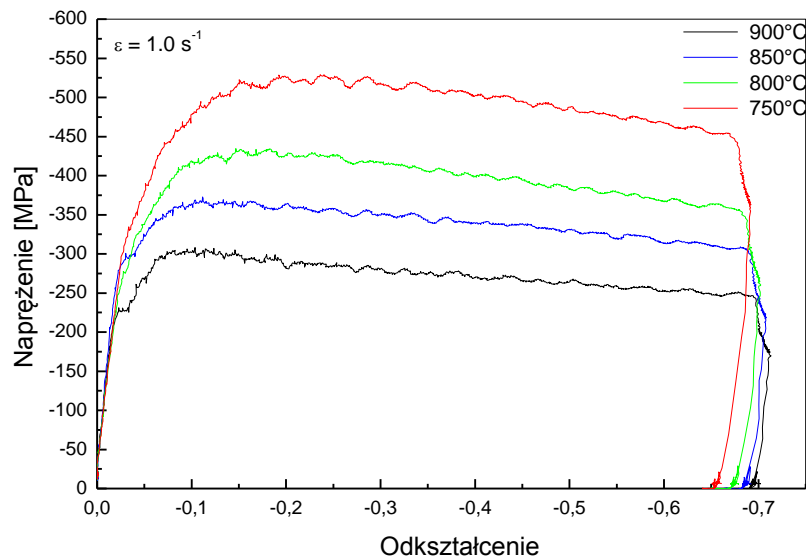


Rys.23. Figury biegunowe badanego materiału przed i po odkształceniu.

Ze wzrostem temperatury zmniejsza się stekstrowanie próbek. Pojawiająca się słaba tekstura jest trudna do zinterpretowania, gdyż materiał odkształca się niejednorodnie. Wyróżniona orientacja stwierdzona na figurach biegunowych jest obrócona w stosunku do kierunku działania siły a dodatkowo odchylona od osi o pewien kąt, trudny do określenia. W rezultacie powoduje to, że przy określaniu wartości wskaźników tekstury otrzymuje się zawyżony i niestandardowy zestaw wskaźników.

7.2. Wysokotemperaturowe odkształcanie

W wyniku przeprowadzonych testów plastometrycznych zostały wyznaczone zmiany siły w funkcji przemieszczenia narzędzia a na tej podstawie wyznaczono krzywe naprężenie – odkształcanie (rys. 24). Z kształtu krzywych naprężenie – odkształcanie wynika, że ze wzrostem temperatury odkształcania następuje obniżenie wartości naprężenia. Zmiany zachodzące w strukturze materiału w procesie odkształcania można identyfikować na podstawie charakteru przebiegu krzywych.

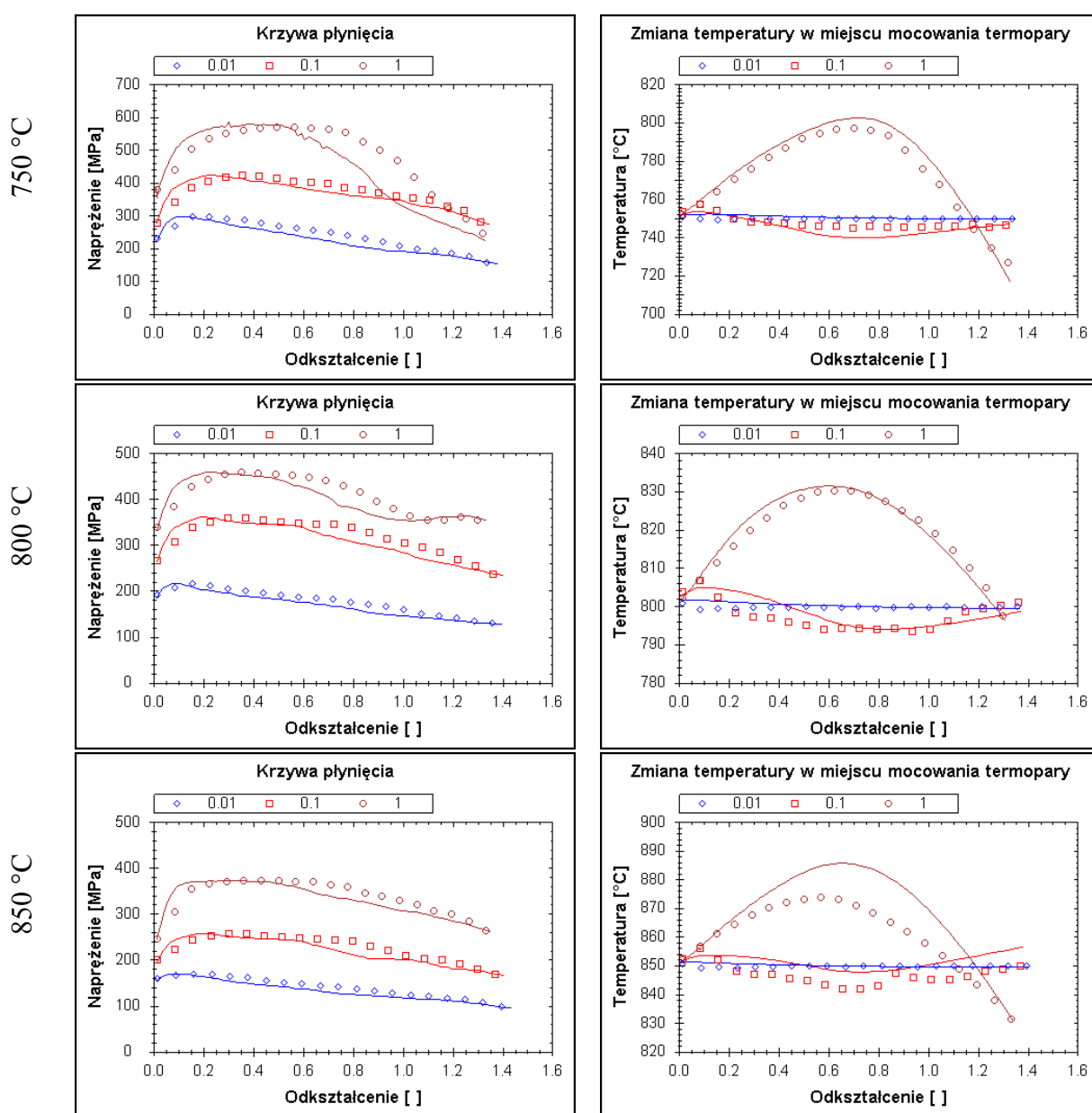


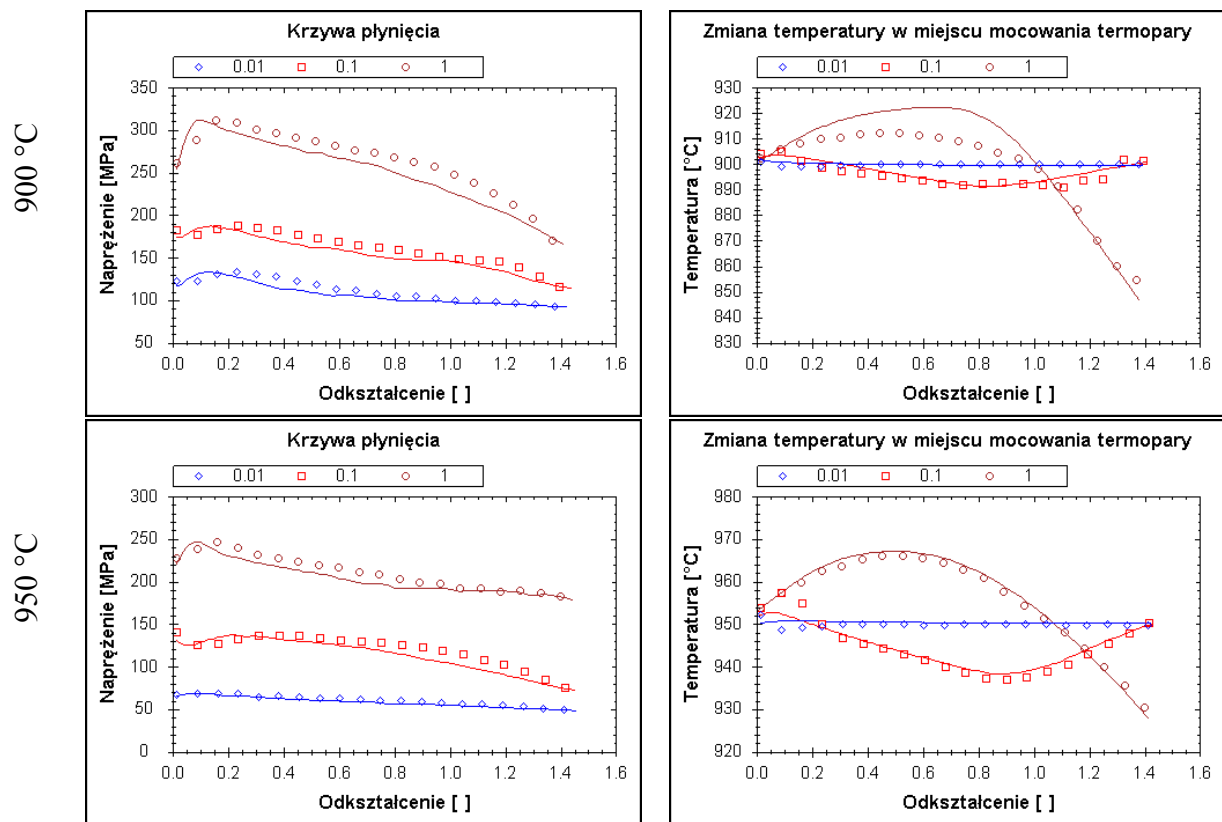
Rys.24. Przykładowe wykresy zmiany naprężenia rzeczywistego od odkształcenia logarytmicznego dla odkształcania względnego w różnych temperaturach.

W niskich temperaturach zakres odkształcenia, w którym materiał się umacnia jest znacznie większy, niż w wysokich temperaturach. Ponadto, po przekroczeniu maksymalnego naprężenia, wartość naprężenia uplastyczniającego spada, co oznacza, że w materiale

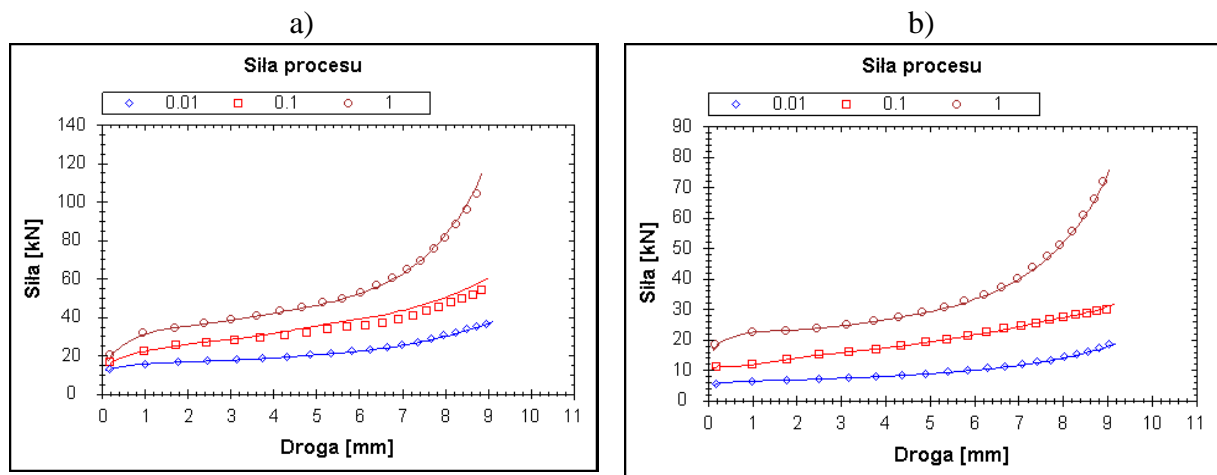
zachodzą dynamiczne procesy odbudowy struktury (zdrowienie dynamiczne i rekrytalizacja dynamiczna).

Wyniki z prób osiowosymetrycznego ściskania obarczone są błędem wynikającym z nierównomiernego rozkładu pól odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury spowodowanego działaniem sił tarcia i przekazem ciepła do kowadeł. Z tego powodu wykorzystano metodę analizy odwrotnej do korekty wartości naprężeń uplastyczniających. W wyniku analizy odwrotnej uzyskano dane w postaci tabelarycznej (po 100 punktów na jedną krzywą). Uzyskane wyniki w postaci graficznej przedstawiono na rysunku 25. Przykładowe porównanie sił zmierzonych z obliczonymi przedstawiono na rysunku 26. Wskazują one na poprawność przeprowadzonych obliczeń.



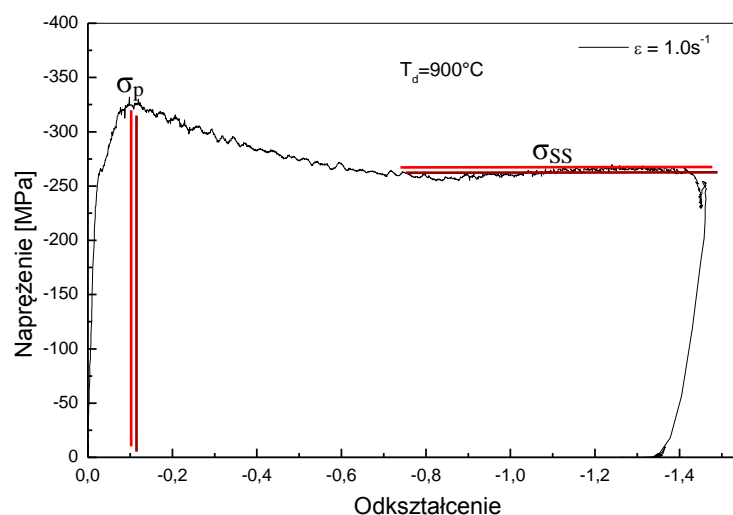


Rys.25. Wyniki analizy odwrotnej dla różnych prędkości odkształcenia (znaczniki – dane pomiarowe, linia ciągła – wyniki obliczeń).



Rys.26. Porównanie sił obliczonych ze zmierzonymi: a) 850°C; b) 950°C.

Wartości napężenia uplastyczniającego (σ_{pl}), odkształcenia krytycznego (ϵ_c) i napężenia płynięcia (σ_{ss}) zostały wyznaczone na podstawie wykresów (rys.24). Schemat wyznaczanie parametrów opisujących proces odkształcania przedstawiano na rysunku 27. Wartości parametrów zestawiono w tabeli 5.



Rys.27. Sposób wyznaczania parametrów opisujących proces odkształcania z krzywych napężenie – odkształcenie.

Tabela 5. Zestawienie parametrów uzyskanych z krzywych napężenie-odkształcenie dla prędkości odkształcania $0,01s^{-1}$.

T [°C]	Stopień odkształcenia	σ_{pl} [MPa]	$\overline{\sigma_{pl}}$ [MPa]	ϵ_c	σ_{ss} [MPa]
600	50%	593	593	0,230	556
650	50%	500	500	0,120	471
700	50%	407	407	0,086	352
750	30%	224	260	0,075	254
	50%	244			198
	75%	312			176
800	30%	180	205	0,059	201
	50%	207			155
	75%	230			143
850	30%	160	174	0,055	162
	50%	181			130
	75%	181			111
900	30%	112	113	0,029	120
	50%	105			81
	75%	123			100
950	50%	98	87		79
	75%	75			58
1000	50%	64	64		55
1050	50%	47	47		38

Podstawowym parametrem określającym podatność materiału do odkształcania jest napężenie uplastyczniające σ_{pl} . Wartość odkształcenia zależy od temperatury, wielkości i prędkości odkształcania oraz historii przebiegu odkształcania. Związek napężenia i pozostałych parametrów odkształcania opisany jest zależnością:

$$\dot{\varepsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (30)$$

Dla małych wartości naprężeń uplastyczniających

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \sigma^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (31)$$

gdzie $A_1 = A\alpha^n$

Dla dużych wartości naprężeń uplastyczniających

$$\dot{\varepsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (32)$$

gdzie $A_2 = A/2^n$; $\beta = \alpha n$

$$Z = \frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (33)$$

$$Z_1(\varepsilon_1 T_1) = Z_2(\varepsilon_2 T_2) = Z_3(\varepsilon_3 T_3)$$

Logarytmując równanie (30) uzyskujemy:

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln(A [\sinh(\alpha\sigma)]^n) - \frac{Q}{R} T^{-1} \quad (34)$$

A stąd

$$\left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial T^{-1}} \right|_{\sigma} = -\frac{Q}{R} \quad (35)$$

Dla odkształcenia przy zachowaniu stałej prędkości równanie przekształca się do postaci:

$$\left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial T^{-1}} \right|_{\sigma} = \frac{-\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \cdot \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial T^{-1}} \right|_{\varepsilon} = -\frac{Q}{R} \quad (36)$$

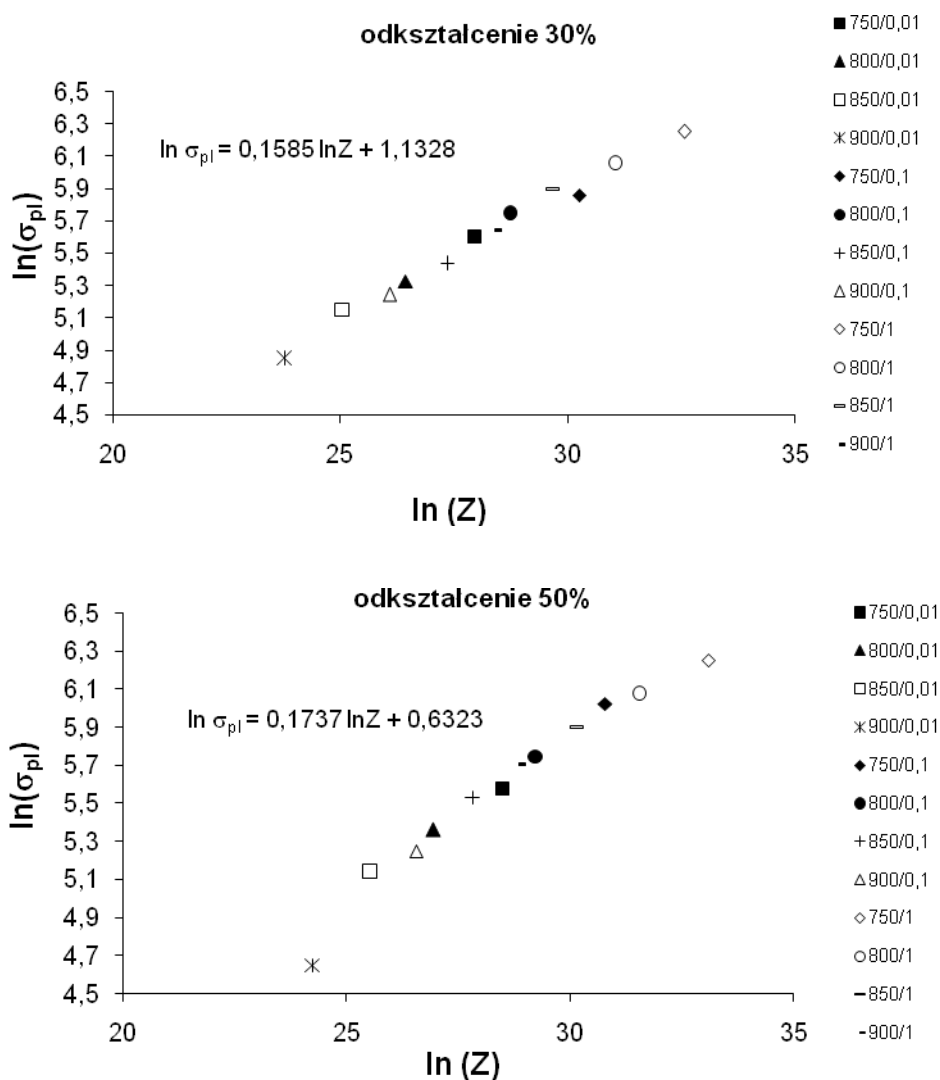
stąd

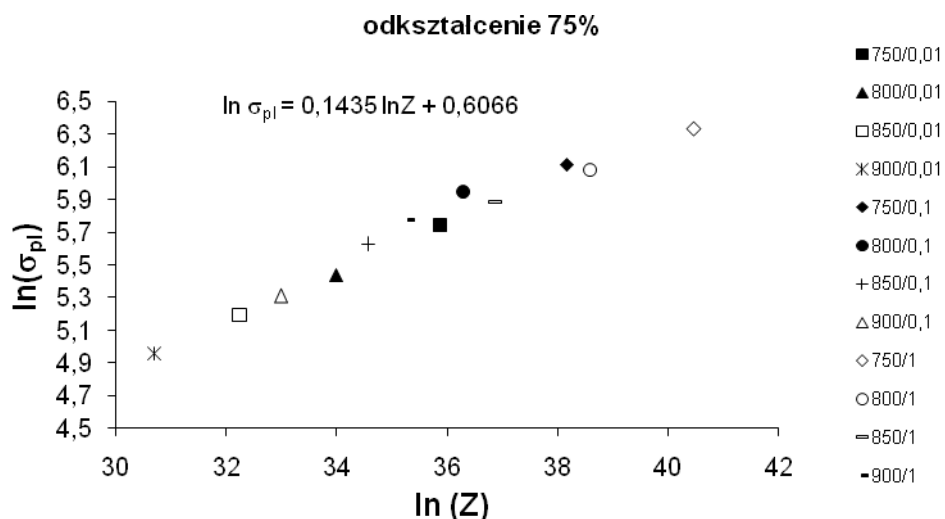
$$Q = R \cdot \left. \frac{-\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right|_{\sigma} \cdot \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial T^{-1}} \right|_{\varepsilon} \quad (37)$$

Wartość energii aktywacji [76] można obliczyć stosując równanie, które uzyskuje się po przekształceniu powyższego równania:

$$Q = \frac{\left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial T^{-1}} \right|_{\varepsilon}}{\left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right|_{\sigma}} \quad (38)$$

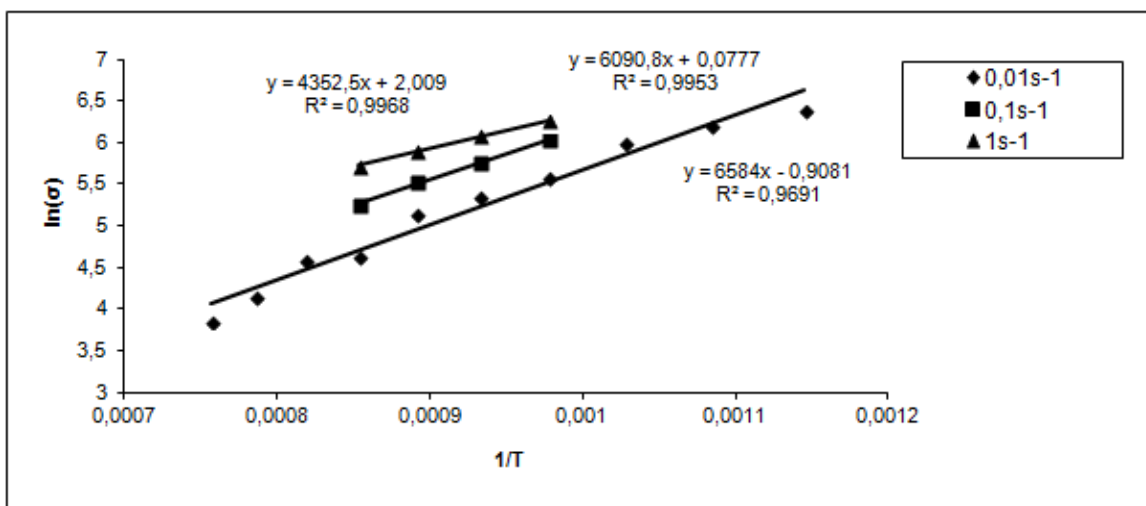
Kształt funkcji $\sigma=f(\epsilon)$ oraz wartość naprężenia uplastyczniającego zależą od wartości parametru Z (temperaturowo zredukowana prędkość odkształcenia – parametr Zener-Hollomana). Charakter krzywych naprężenie – odkształcenie zależy również od wartości odkształcenia odpowiadającego maksymalnemu naprężeniu, w przypadku gdy w odkształcanym materiale zachodzi rekrytalizacja dynamiczna. Zależność logarytmu naprężenia uplastyczniającego dla trzech stopni odkształcenia od wartości parametru Z przedstawiono na rysunku 28.



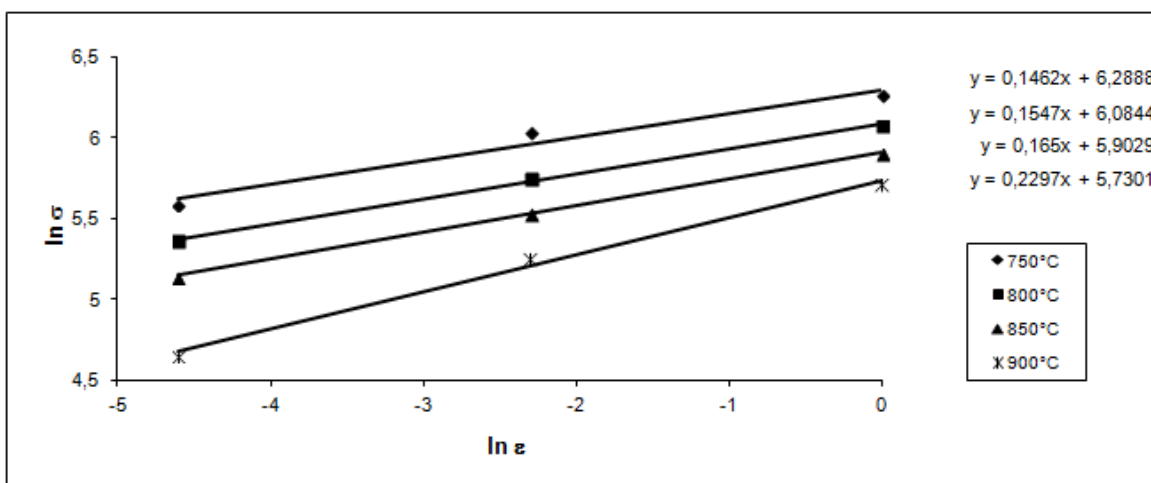


Rys.28. Zależności logarytmu z naprężenia uplastyczniającego stopu FeAl od parametru Zener-Hollomona.

W następnej kolejności wyznaczono wartość $\left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial T^{-1}} \right|_{\dot{\epsilon}}$ oraz $\left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_T$ z zależności, odpowiednio, $\ln(\sigma_{\max}) = f(1/T)$ i $\ln(\sigma_{pl}) = f(\ln \dot{\epsilon})$. Obie zależności przedstawiono na rysunku 29 i 30.



Rys.29. Zależność logarytmiczna naprężenia uplastyczniającego od odwrotności temperatury.



Rys.30. Logarytmiczna zależność naprężenia uplastyczniającego od prędkości odkształcenia.

Wykorzystując równanie (38) i otrzymane wartości z wyników badań plastometrycznych obliczono uśrednioną wartość energii aktywacji procesu odkształcania plastycznego, która wynosi $Q=300,91$ kJ/mol. Energia aktywacji procesu odkształcania stopu FeAl silnie zależy od temperatury i prędkości odkształcania (tabela.6).

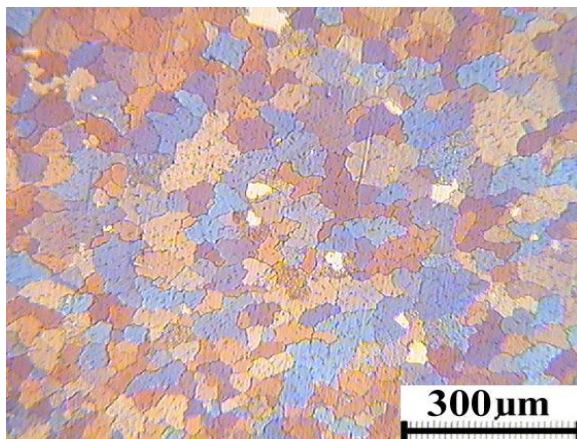
Tabela 6. Wartość energii aktywacji procesu odkształcania w badanym zakresie temperaturowym.

Prędkość odkształcania $\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	Temperatura T [$^{\circ}C$]				
	750	800	850	900	950
	Energia aktywacji Q, kJ/mol				
0,01	419,64	386,50	364,47	301,64	256,21
0,1	371,04	342,02	322,40	266,24	220,01
1	277,28	255,00	240,97	200,92	145,09

Dla porównania energia aktywacji związana z odkształceniem plastycznym wyznaczona w metodzie skręcania na gorąco stopu FeAl wynosi 340 kJ/mol [14].

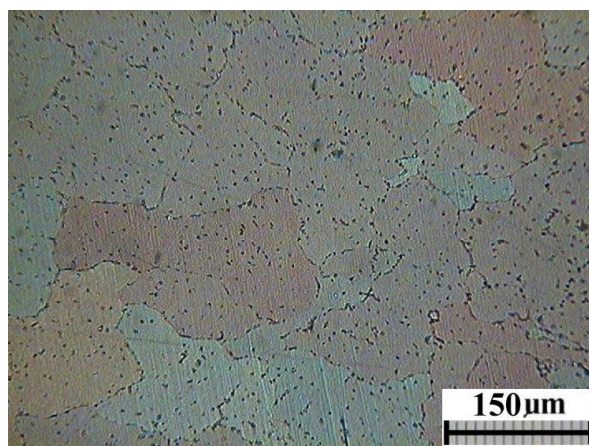
7.3. Wpływ odkształcenia na mikrostrukturę stopu

Obraz mikrostruktury próbki w stanie przed odkształceniem przedstawiono na rysunku 31. Strukturę tworzą w przybliżeniu równoosiowe ziarna o silnie nieregularnych granicach. Średnia wielkość ziarna wyznaczona metodą powierzchniową wynosi $120\ \mu\text{m} \pm 20\ \mu\text{m}$.



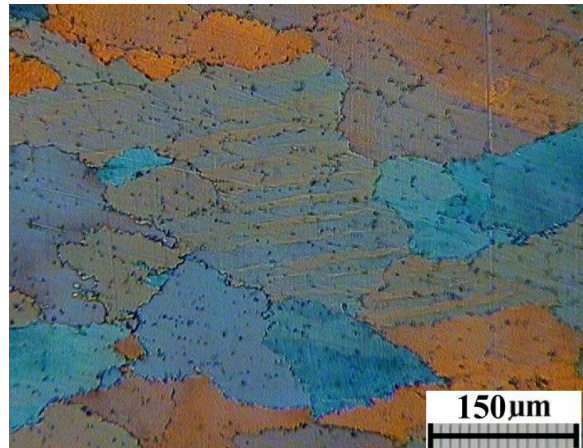
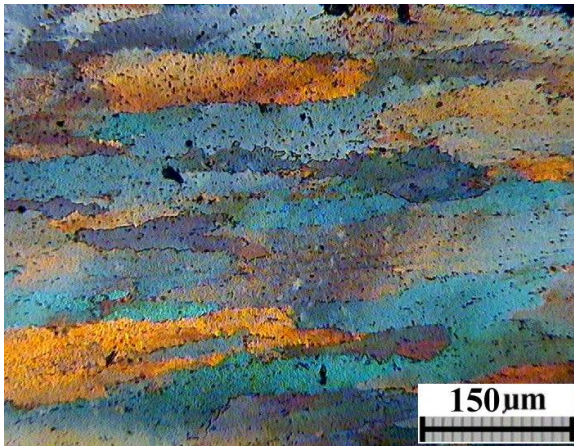
Rys.31. Mikrostruktura stopu FeAl w stanie wyjściowym.

Na rysunku 32 pokazano mikrostrukturę stopu odkształconego w temperaturze 750°C do wartości odkształcenia 30%. Obraz mikrostruktury sugeruje, że w tych warunkach prawdopodobnie rozpoczyna się proces rekrytalizacji dynamicznej. W mikrostrukturze stopu odkształconego w temperaturze 750°C , przy 50% odkształceniu występują pasma zlokalizowanego odkształcenia (rys.33a i b).

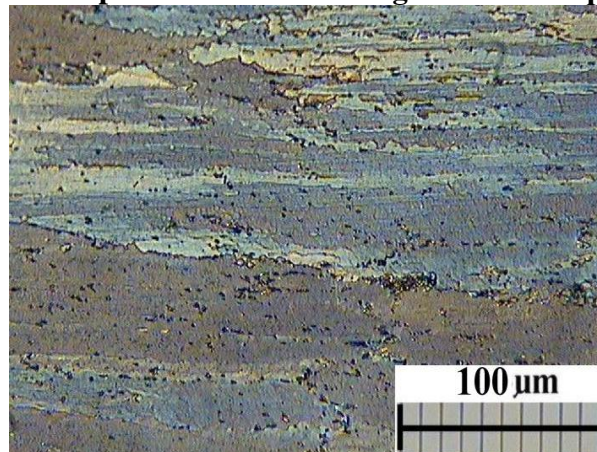


Rys.32. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 30% w temperaturze 750°C .

W temperaturze 750°C dla różnych wartości odkształceń nie stwierdzono postępującego procesu rekrytalizacji dynamicznej (rysunki 33, 34). Na obrazach mikrostruktury widać, że wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia zaobserwowano wzrost stopnia wydłużenia indywidualnych ziaren.

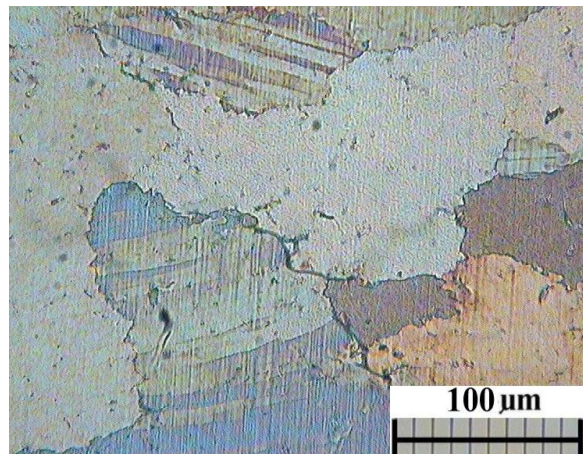
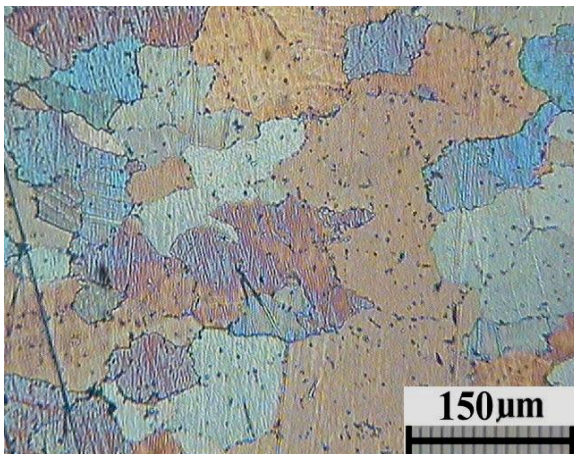


Rys.33. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 50% w temperaturze 750°C.

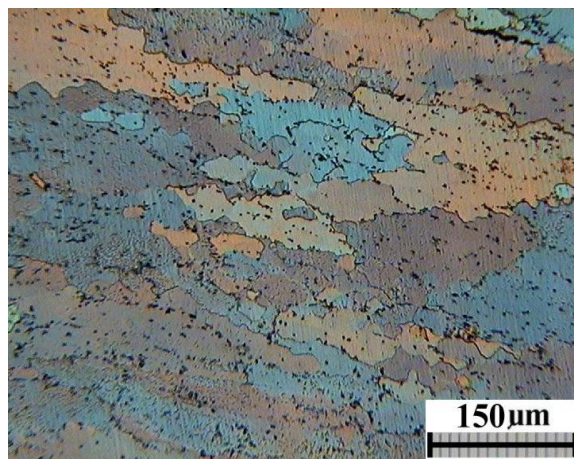
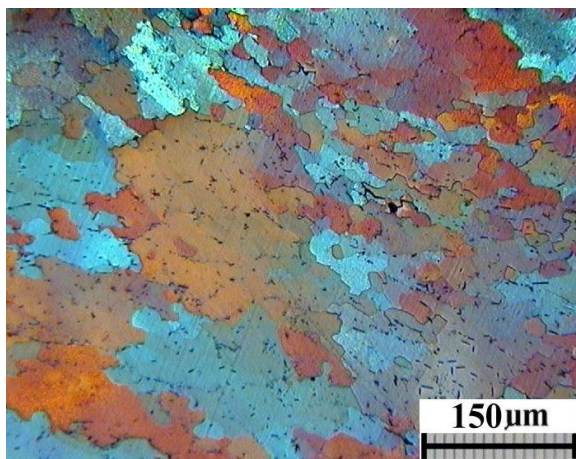


Rys.34. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 75% w temperaturze 750°C.

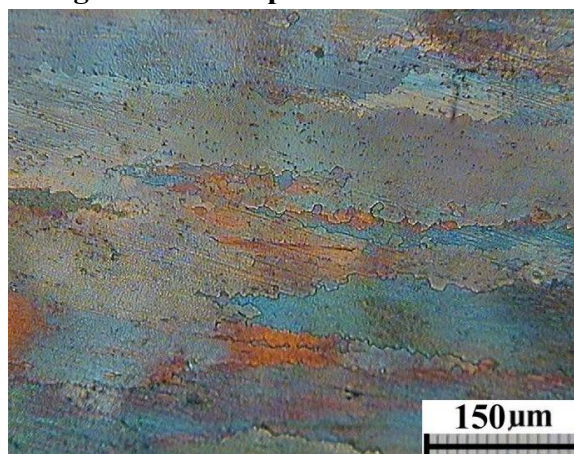
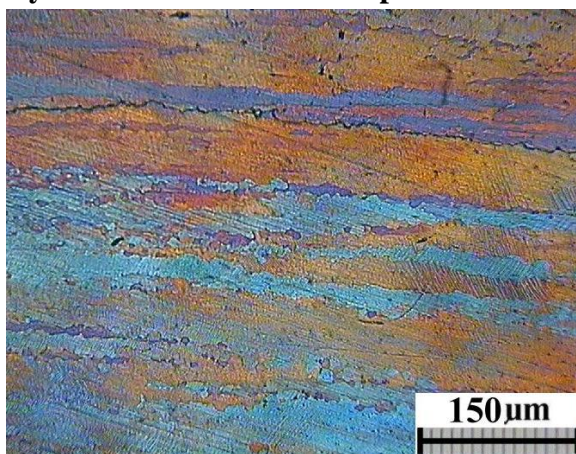
Po odkształceniu w temperaturze 800°C do wartości odkształcenia 30%, 50%, 75% obserwuje się postępujący proces rekrytalizacji dynamicznej (rysunki 35-40). Początkowo obszary zrekrystalizowane ujawniają się głównie jako wydłużone skupiska, składające się z drobnych ziarenek o kształtach granic zbliżonych do równowagowych.



Rys.35. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 30% w temperaturze 800°C.



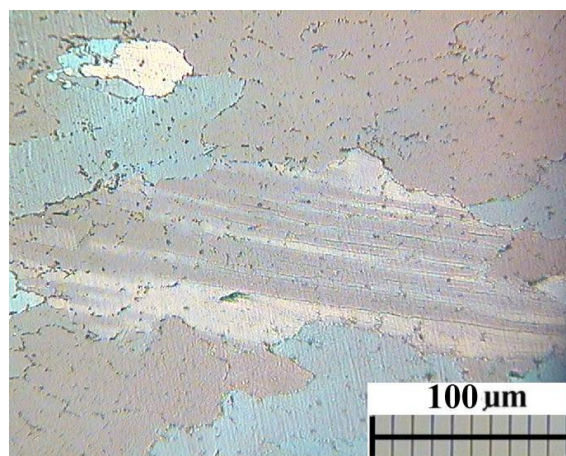
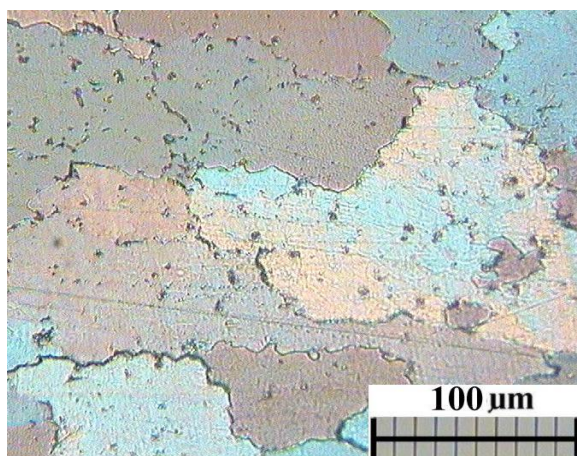
Rys.36. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 50% w temperaturze 800°C.



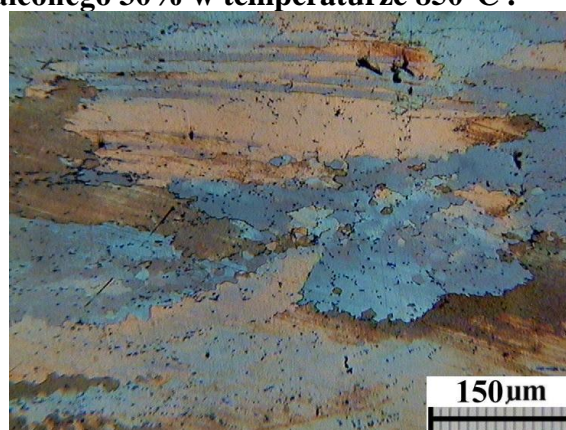
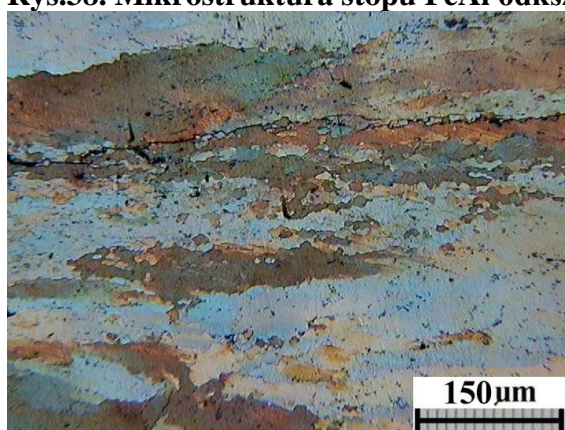
Rys.37. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 75% w temperaturze 800°C.

Mikrostruktura dla najmniejszego stopnia odkształcenia w temperaturze 850°C zawiera pasma zlokalizowanego odkształcenia (rys. 38).

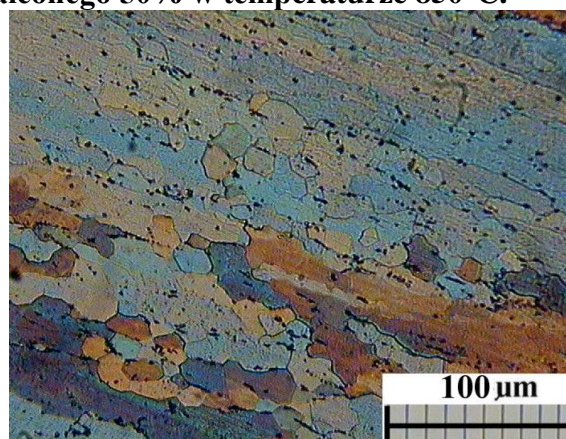
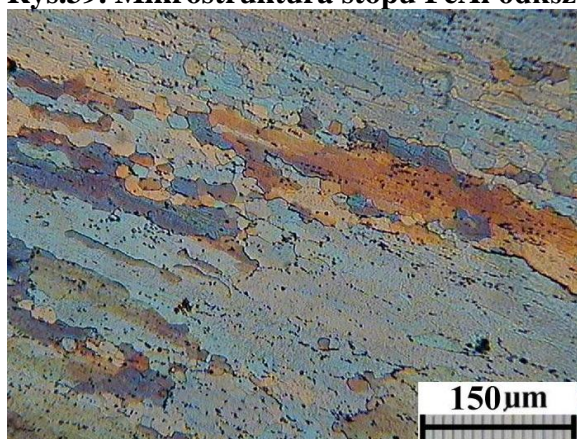
W strukturze obserwuje się ziarna zrekrystalizowane, które są widoczne nie tylko na granicach, lecz również wewnątrz ziaren pierwotnych. Nowe ziarna utworzone wewnątrz ziaren pierwotnych są mniejsze od ziaren utworzonych na granicach. W temperaturze 850°C proces rekrytalizacji dynamicznej obejmuje większy obszar materiału. Porównując obrazy mikrostruktury z rysunków 39 i 40 widać, iż wzrost wartości odkształcenia nie ma znaczącego wpływu na zmianę wielkości ziarna. Natomiast ze wzrostem wartości odkształcenia rekrytalizacja obejmuje większe obszary.



Rys.38. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 30% w temperaturze 850°C .

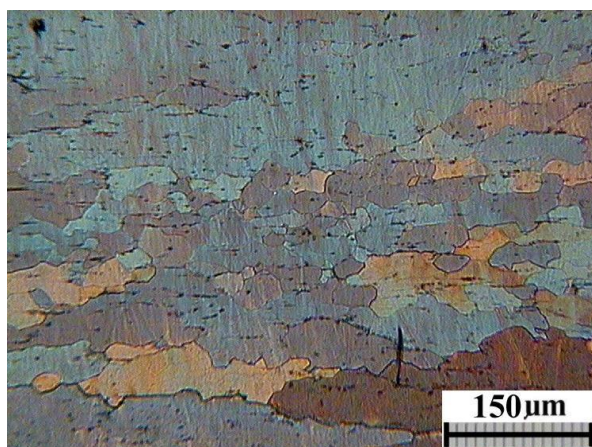


Rys.39. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 50% w temperaturze 850°C.



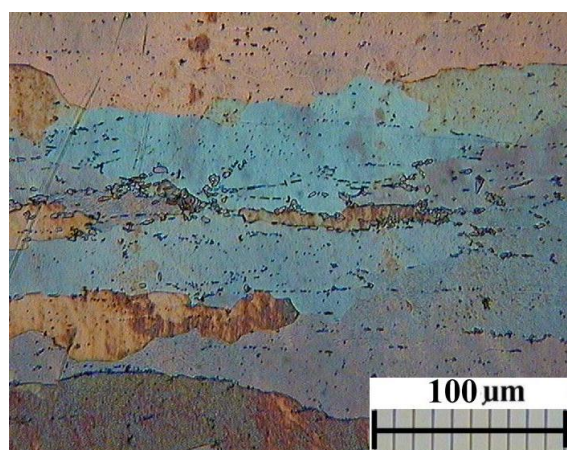
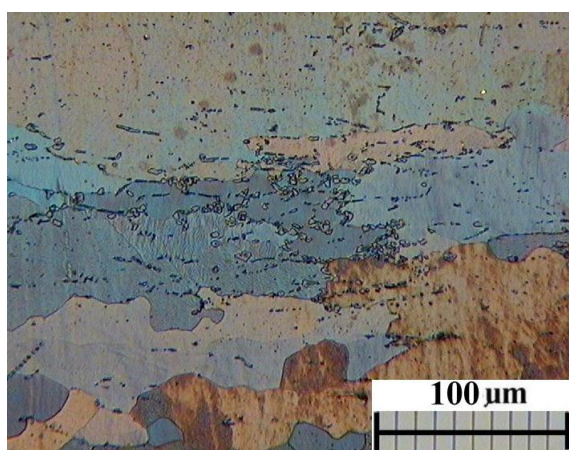
Rys.40. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego do 75% w temperaturze 850°C.

Po zastosowaniu odkształcenia 30% w 900°C, pomimo wysokiej temperatury odkształcania, nowe ziarna zarodkowały głównie w granicach ziaren pierwotnych, zaś ich wielkość wynosi w pobliżu 10μm. Dodatkowo zaobserwowano duże zróżnicowanie w wielkości zrekrytalizowanego ziarna (rys.41-43). W najwyższej temperaturze obok obszarów ziaren zrekrytalizowanych, które uległy rozrostowi, zaobserwowano skupiska drobnych ziaren, co sugeruje o cykliczności procesu rekrytalizacji, jak również dużej jego niejednorodności.

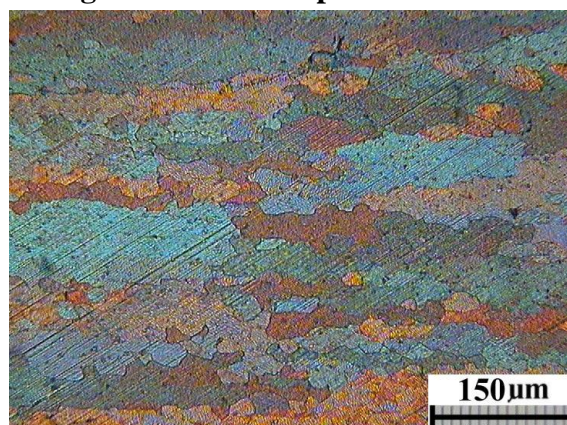
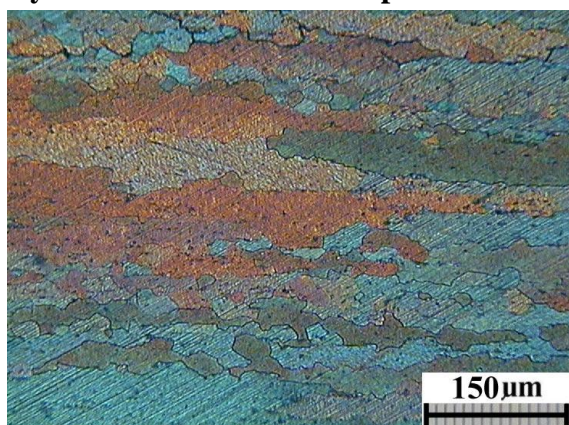


Rys.41. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego 50% w temperaturze 900°C.

W temperaturze 900°C zaobserwowano wzrost wielkości zrekrystalizowanych ziaren w stosunku do niższych temperatur odkształcania. Mikrostruktura na rys.43 sugeruje, że rekrytalizacja dynamiczna zachodzi niemal w całej objętości próbki.



Rys.42. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego do 50% w temperaturze 900°C.



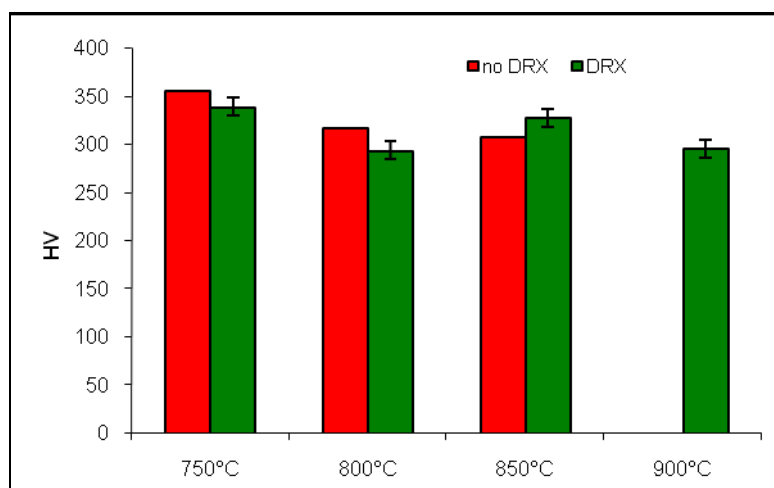
Rys.43. Mikrostruktura stopu FeAl odkształconego do 75% w temperaturze 900°C.

Średnia wielkość ziarna dla najmniejszych stopni odkształcenia we wszystkich temperaturach mieści się w granicach 5–10 μm. W najniższych temperaturach (750-800°C) wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia na obrazach struktur występuje zjawisko

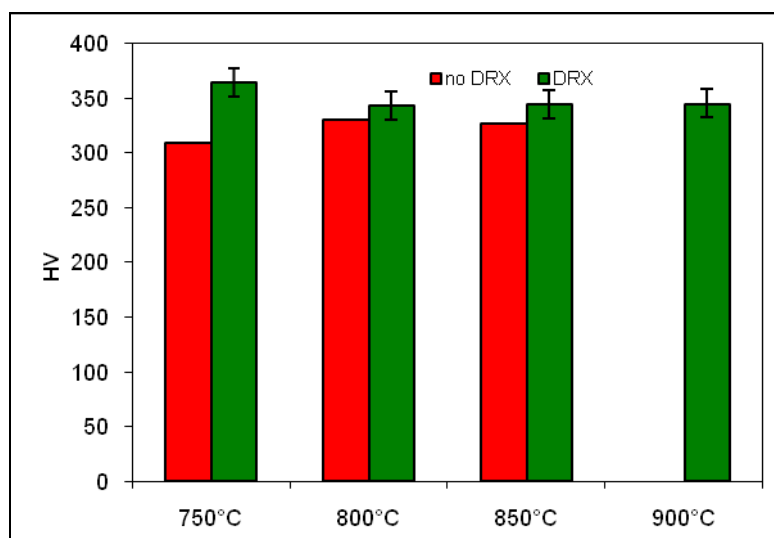
nieznacznego spadku wielkości ziarna. Spowodowane jest to tym, że w wyniku procesów rekrytalizacji tworzy się wiele zarodków jednak, ich rozrost z powodu zbyt krótkiego czasu odkształcania był ograniczony. Dla wyższych temperatur (850-900°C) nastąpił tylko wzrost wielkości ziarna do około 20 μm . Wzrost wielkości ziarna obserwuje się przy dłuższym czasie odkształcania (wartość odkształcania 50%), co jest najlepiej widoczne w temperaturze odkształcania 900°C. Największe ziarna zaobserwowano dla największych stopni odkształcania w całym zakresie temperatur.

7.4. Pomiary mikrotwardości

Mikrotwardość stopu w stanie po odlaniu wynosi 260HV i została przyjęta dla badanych stanów jako wartość odniesienia. W wyniku procesu odkształcenia zaobserwowano wzrost wartości mikrotwardości dla wszystkich warunków odkształcania. W niskich temperaturach spowodowane jest to niepełnym zrekrytalizowaniem materiału, zaś w wysokich, rozdrobnieniem struktury. Jednak niecałkowite usunięcie umocnienia spowodowanego odkształceniem w niskich temperaturach bardziej podwyższa twardość badanego stopu niż efekt rozdrobnienia ziarna (rys.44).



a.) 50% odkształcenia; prędkości odkształcenia $0,01s^{-1}$

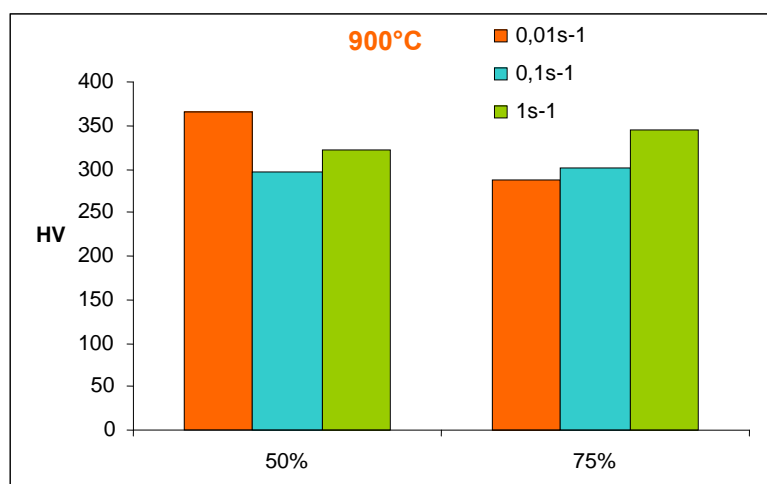


b.) 75% odkształcenia; prędkości odkształcenia $1s^{-1}$

Rys.44. Mikrotwardość obszarów zrekrytalizowanych i niezrekrytalizowanych w zależności od temperatury.

Badanie mikrotwardości w obszarach niezrekrytalizowanych i zrekrytalizowanych pozwoliło wzbogacić wiedzę dotyczącą wpływu parametrów odkształcania na strukturę

badanego stopu. W niższej temperaturze odkształcenia uzyskuje się wyższe wartości mikrotwardości. Jednocześnie w wyniku stosowania większych prędkości odkształcania wystąpiły większe różnice w wartościach mikrotwardości obszarów zrekrytalizowanych w porównaniu do obszarów niezrekrytalizowanych. Wraz ze wzrostem temperatury maleją różnice w wartościach mikrotwardości między obszarami. Natomiast przy pomiarach mikrotwardości w najwyższej temperaturze odkształcania wystąpiły trudności w identyfikacji obszarów zrekrytalizowanych i niezrekrytalizowanych. Prawdopodobnie badany stop niemal w całej objętości ulega rekrytalizacji dynamicznej. Mikrotwardość obszarów zrekrytalizowanych zbliża się do wartości uzyskanej w stopie w stanie wyjściowym i wynosi około 280 HV. Zaobserwowano wpływ prędkości odkształcania i stopnia odkształcenia na wartość mikrotwardości obszarów zrekrytalizowanych. Duże odkształcenia powodują mniejszy rozrzut wyników, a tym samym pozwalają dokładniej określić wpływ prędkości odkształcania na twardość. Twardość materiału przy niższych prędkościach odkształcania jest porównywalna do wartości mikrotwardości materiału wyjściowego (rys.45). Wynika to z faktu, że ze wzrostem prędkości odkształcania maleje wielkość ziarna po zajściu rekrytalizacji oraz z zależności kinetyki rekrytalizacji dynamicznej od prędkości odkształcania.

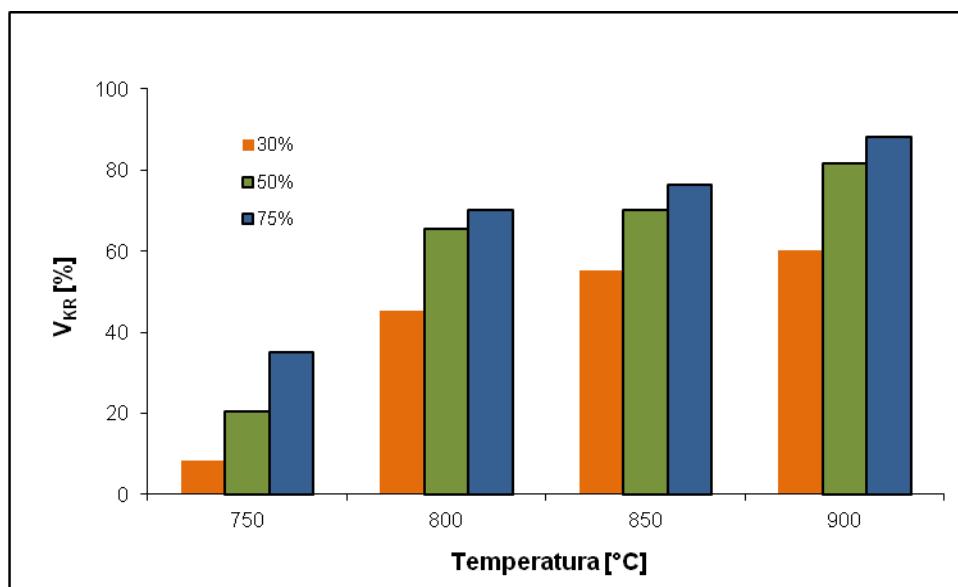


Rys.45. Mikrotwardość obszarów zrekrytalizowanych w zależności od stopnia i prędkości odkształcenia.

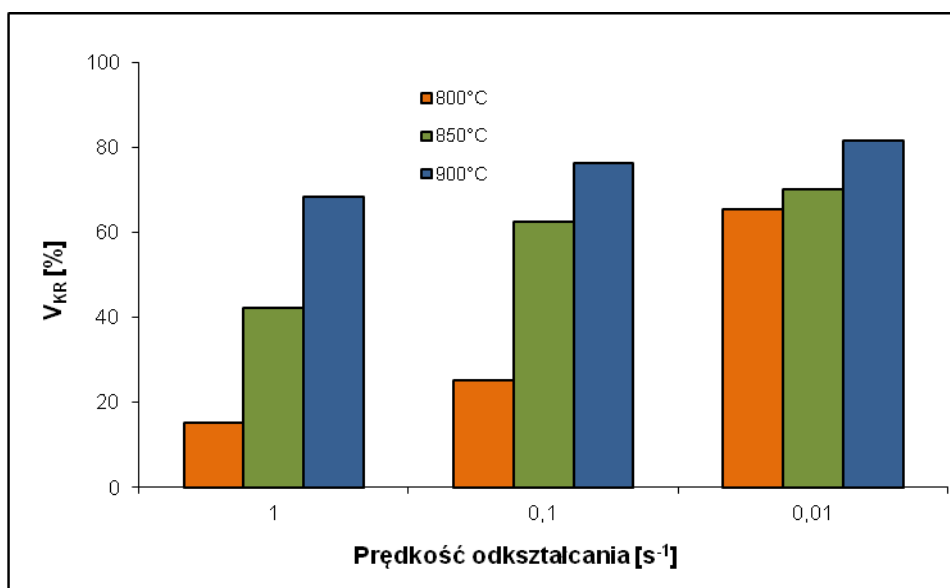
Z wykorzystaniem metalografii ilościowej określono wielkość obszarów zrekrytalizowanych (rys.46). Objętość V_{KR} silnie zależy od temperatury, prędkości odkształcania i stopnia odkształcenia. Na rysunku 46a przedstawiono zmiany wielkości obszarów zrekrytalizowanych ze wzrostem temperatury dla dwóch stopni odkształcenia 50% i 75%. W temperaturze 750°C obserwuje się dwukrotnie mniejsze obszary zrekrytalizowanych ziaren dla 50% odkształcenia, niż dla 75% odkształcenia. W wyższych

temperaturach różnice te nie są już tak istotne. Ze wzrostem temperatury i spadkiem prędkości odkształcania rośnie wielkość obszarów zrekrystalizowanych, V_{KR} . Przy najwyższej temperaturze (900°C) i najniższej prędkości odkształcania ($0,01\text{s}^{-1}$) udział objętości podlegającej rekrytalizacji badanego stopu wynosi około 80%.

a.)



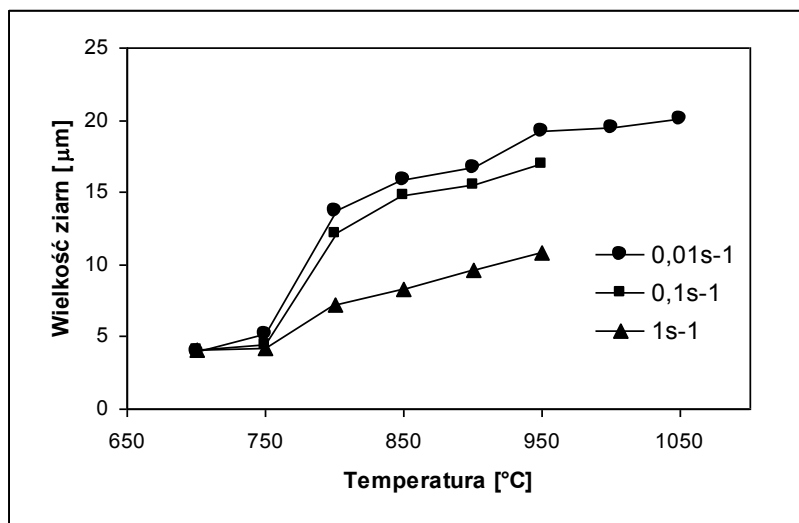
b.)



Rys.46. Stopień zrekrystalizowania badanego stopu w zależności od temperatury (a) i prędkości odkształcania (b).

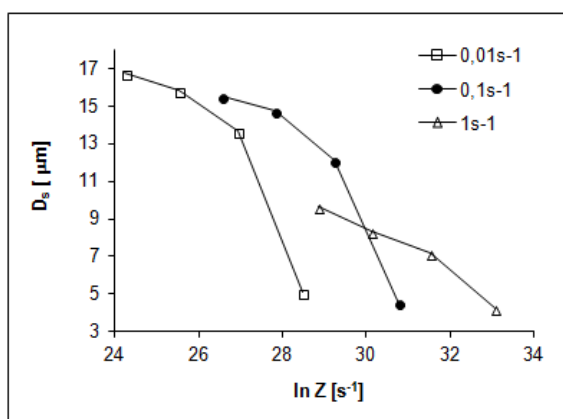
Średnia wielkość zrekrystalizowanych ziaren (rys.47) mieści się w granicach od $\sim 5\mu\text{m}$ do $\sim 20\mu\text{m}$. Powyżej temperatury odkształcania 900°C i przy prędkości $0,01\text{s}^{-1}$ obszary zrekrystalizowane charakteryzują się wielkością ziarna około $20\mu\text{m}$ i mikrotwardością około 280HV, podczas gdy stop nieodkształcony charakteryzował się wielkością ziarna około

120 μm i mikrotwardością 260HV. Prawdopodobnie dla niższych stopni odkształcenia czas, w którym zachodzi odkształcenie jest niewystarczający do zajścia procesów rekrytalizacji dynamicznej w całej objętości próbki.

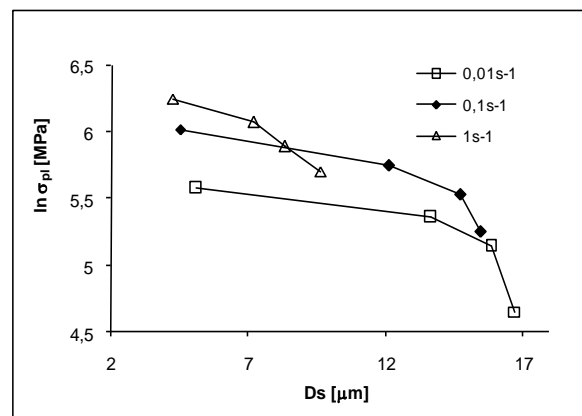


Rys.47. Średnia wielkość zrekrystalizowanych ziaren w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia wyznaczona po maksymalnym odkształceniu 75%.

Wyniki pomiaru wielkości ziarna zrekrystalizowanego utworzonego w procesie rekrytalizacji dynamicznej przedstawiono na rysunku 48 w zależności od naprężenia uplastyczniającego, σ_{pl} , oraz w zależności od temperaturowo zredukowanej prędkości odkształcenia, Z (rys.49).



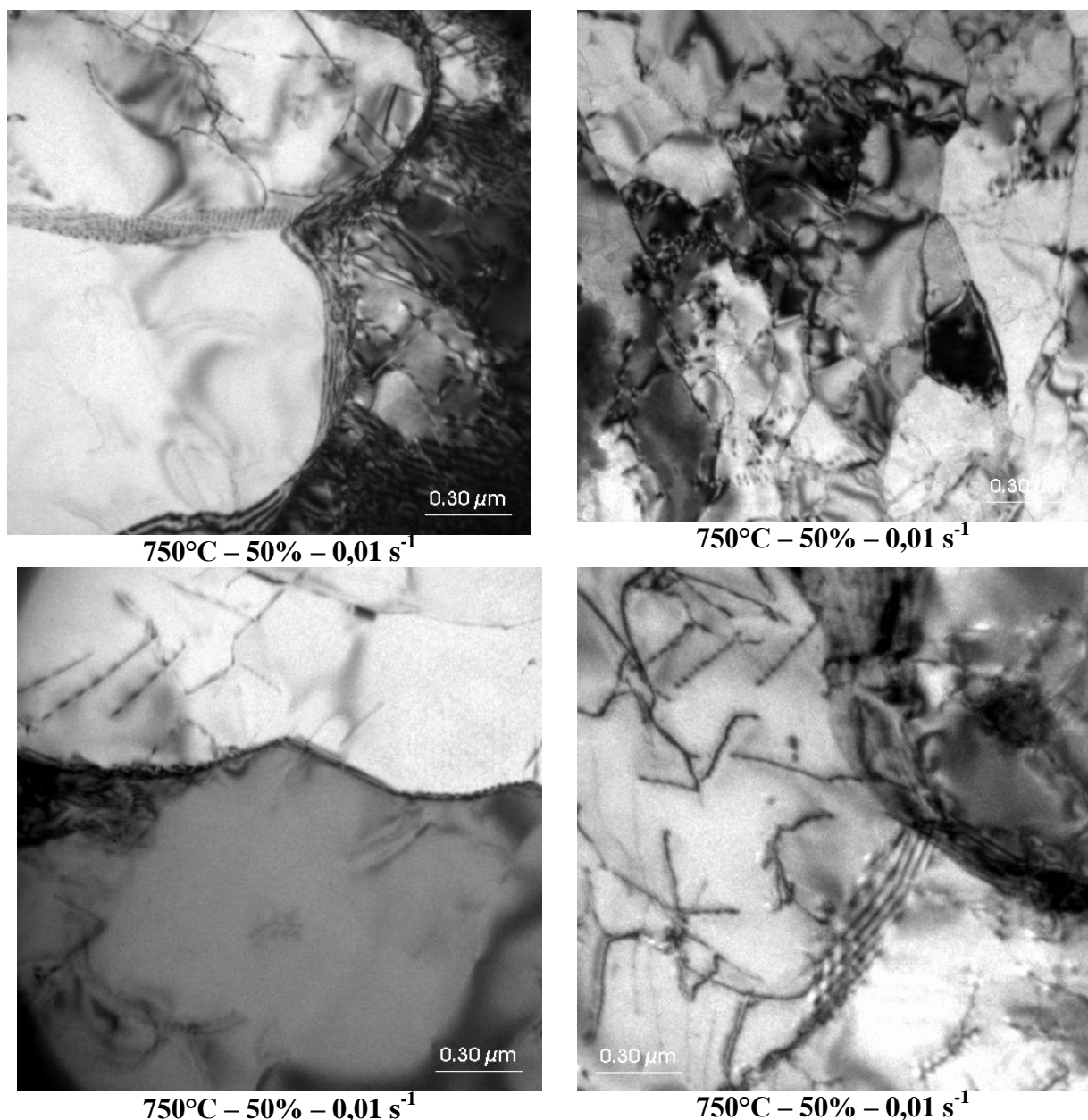
Rys.48. Zależność wielkości ziarna od parametru Zener-Hollomana.



Rys.49. Zależność między wielkością ziarna a logarytmem naprężenia uplastyczniającego.

7.5. Struktura dyslokacyjna

Metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej badano materiał w stanie odkształconym w temperaturach 750°C i 900°C. Obserwacje struktury dyslokacyjnej prowadzono na cienkich foliach wykonanych z próbek po odkształceniach 30%, 50% i 75% z prędkościami 1s^{-1} i $0,01\text{s}^{-1}$. Przykłady struktur dyslokacyjnych przedstawiono na rysunku 50.

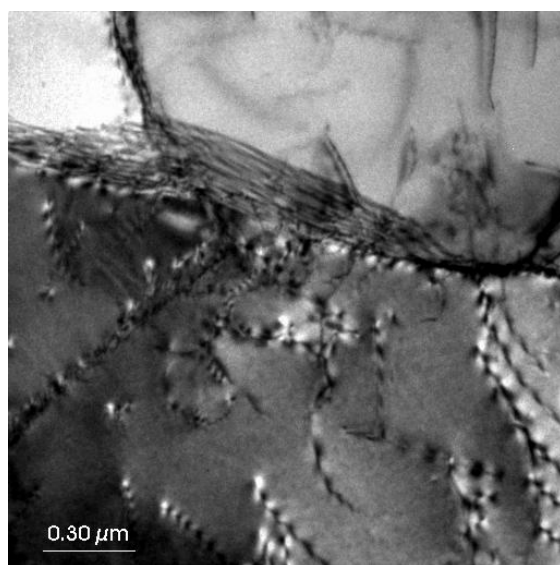


Rys.50. Mikrostruktura stopu w zakresie zdrowienia dynamicznego (650-750°C).

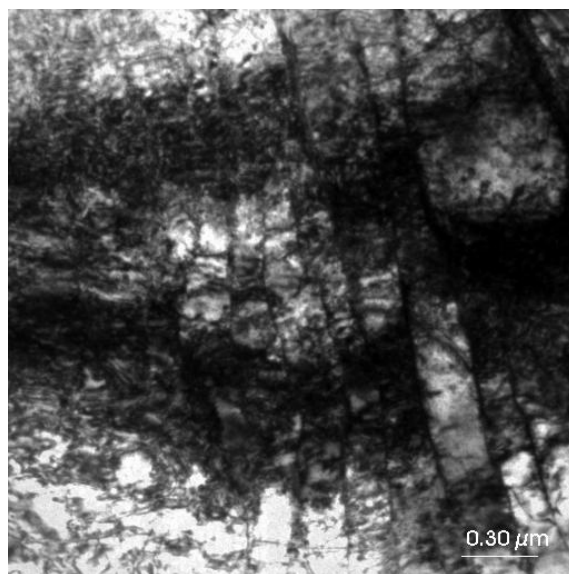
Struktura dyslokacyjna stopu po 30% odkształceniu charakteryzuje się dużą ilością dyslokacji o bardzo niejednorodnym rozkładzie. Obszary wolne od dyslokacji, zarodki rekrytalizacji, graniczą bezpośrednio z obszarami o stosunkowo dużej gęstości dyslokacji. Badania prowadzone przez N.Nieśpiałowskiego w ramach pracy doktorskiej wykazały, że

struktura dyslokacyjna badanej fazy międzymetalicznej FeAl składa się z dyslokacji o trzech podstawowych wektorach Burgersa [82,83,84]. Większość dyslokacji ma charakter mieszany, zbliżony do krawędziowego, lecz często widoczne są również dyslokacje o charakterze zbliżonym do śrubowego. Sporadycznie obserwowano dyslokacje o wygiętych liniach, co świadczy o ich charakterze mieszanym. Zwiększenie stopnia odkształcenia powoduje istotny wzrost gęstości dyslokacji. W strukturze obserwuje się pojedyncze dyslokacje jak również występują sploty dyslokacji.

Na zdjęciach struktur dyslokacyjnych obszary, w których występują pojedyncze dyslokacje sąsiadują z obszarami o dużej gęstości.



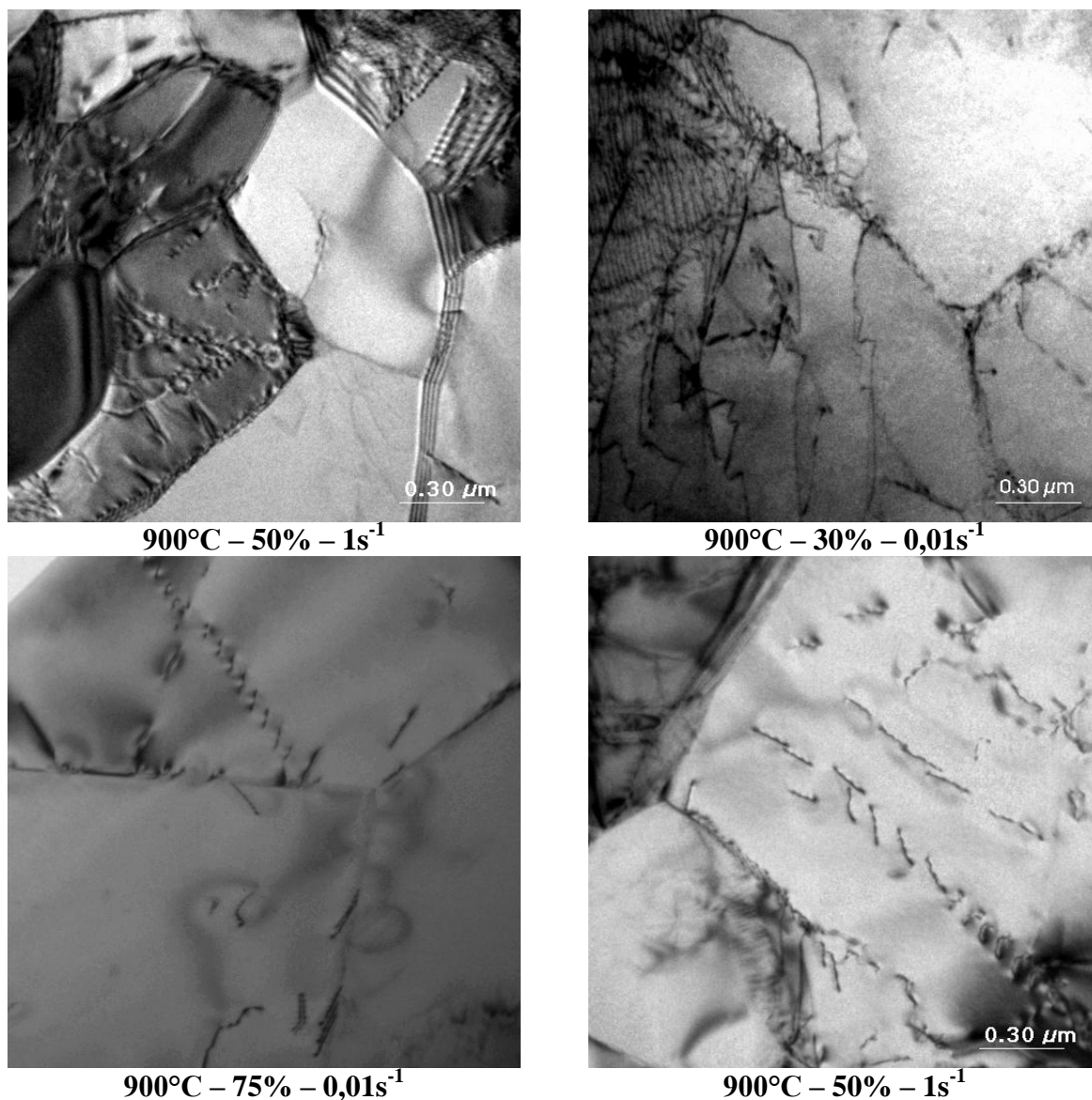
750°C – 75% – 0,01 s⁻¹



750°C – 50% – 1 s⁻¹

Rys.51. Mikrostruktura stopu w zakresie zdrowienia dynamicznego (650-750°C).

Zwiększenie stopnia odkształcenia, oprócz ogólnego wzrostu gęstości dyslokacji, spowodowało również zmianę kształtu linii dyslokacji. Linie dyslokacji w obszarach o zwiększonej gęstości są znacznie bardziej nieregularne, niż przy niższym stopniu odkształcenia.



Rys.52. Mikrostruktura stopu w zakresie rekrytalizacji dynamicznej (800°C-950°C).

Na zdjęciach mikroskopii elektronowej uzyskanych dla 75% wartości odkształcenia oraz uzyskanych przy najwyższych temperaturach (rysunek 51,52) obserwuje się duży udział ziaren zrekrystalizowanych.

Kształt i przebieg krzywych naprężenie-odkształcenie, we wszystkich temperaturach odkształcenia, po osiągnięciu wartości maksymalnego naprężenia, wykazuje nieznaczny spadek, co wskazuje na wystąpienie procesów rekrytalizacji dynamicznej (rysunek 24). Obrazy struktur dyslokacyjnych potwierdzają wystąpienie zjawisk zajścia procesów rekrytalizacji. Obserwacje na cienkich foliach pozwalają na stwierdzenie, że procesy zdrowienia i rekrytalizacji zachodzą bardzo niejednorodnie. W obserwowanych strukturach występują zarówno obszary silnie zrekrystalizowane, jak również obszary bez widocznych oznak odbudowy mikrostruktury.

7.6. Proces wyciskania badanego stopu

Stopy na podstawie związku międzymetalicznego FeAl w temperaturze pokojowej charakteryzują się niską plastycznością i umacniają się bardzo szybko podczas odkształcenia, natomiast w temperaturach z zakresu 600°C – 1000°C ich zdolność do odkształceń plastycznych znacznie wzrasta, choć jest dużo mniejsza w porównaniu z większością metali i stopów.

Z uwagi na stany mechaniczne, proces wyciskania umożliwia przeprowadzenie przeróbki plastycznej stopu Fe–Al z zastosowaniem dużych odkształceń. Możliwe jest osiągnięcie maksymalnej redukcji przekroju około 16:1 przy zachowaniu ściśle określonych warunków procesu. Jednakże dobór parametrów procesu wyciskania zapewniających odpowiednio duży stopień odkształcenia przy jednoczesnym zachowaniu ciągłości struktury zależy od materiału, a ich określenie w rzeczywistym eksperymencie jest niezwykle czasochłonne.

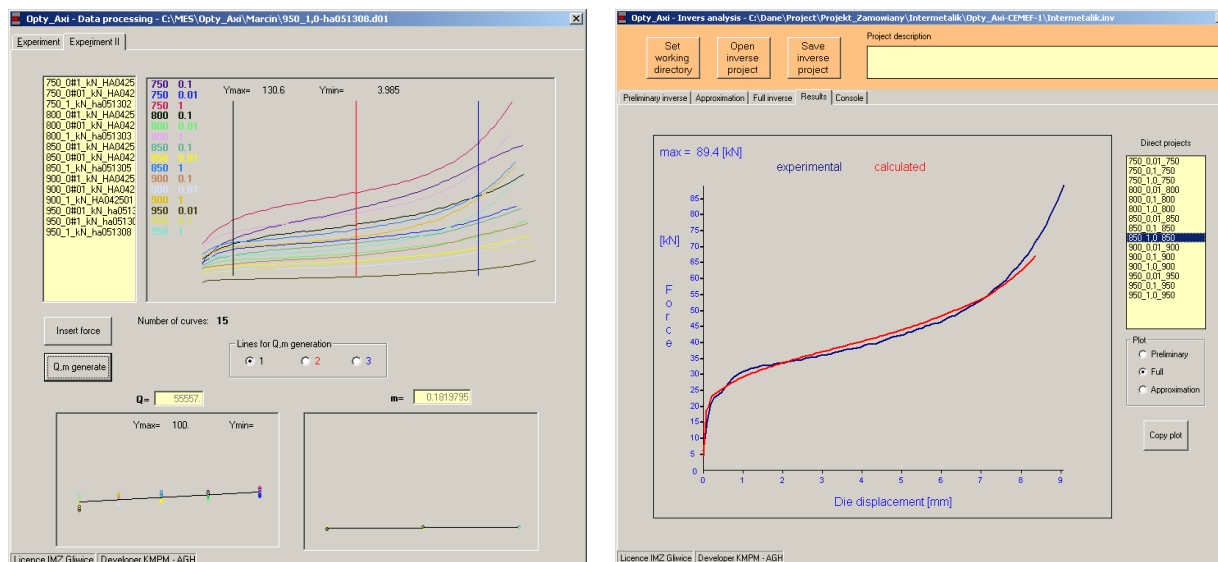
Z tego powodu do oceny podatności badanych materiałów do przeróbki plastycznej zastosowano metodę symulacji fizycznej i numerycznej procesu. Do symulacji wykorzystano wyniki przeprowadzonych testów ściskania opisanych w rozdziale 7.2. Założona w testach wartość odkształcenia próbki testowej wynosiła 1.2–1.4. Przedziały zmienności parametrów odkształcenia w przeprowadzonych doświadczeniach plastometrycznych odpowiadały zakładanym parametrom odkształcenia w procesie wyciskania. Na podstawie pomiarów wartości sił metodą analizy odwrotnej zostały wyznaczone wartości naprężeń w funkcji odkształcenia nie obciążone wpływem tarcia na powierzchni styku próbki z kowadłami oraz adiabatycznym nagrzewaniem nieobciążonej próbki. Do skorygowanych wartości naprężenia w funkcji odkształcenia dopasowano funkcję naprężenia uplastyczniającego opracowaną przez CEMEF (równanie 16). W wyniku dopasowania uzyskano współczynniki przedstawione w tabeli 7. Wynik zastosowania procedury odwrotnej przedstawiono na rysunku 53, zaś przykładowe wykresy przedstawiające zmierzone i przewidywane wartości naprężenia uplastyczniającego w funkcji czasu, dla różnych temperatur i prędkości odkształcenia, przedstawiono na rysunku 24. W większości przypadków uzyskano dobre dopasowanie modelu CEMEF do danych doświadczalnych (rysunek 54). Największą rozbieżność z eksperymentem uzyskano dla testu wykonanego przy temperaturze 750°C z prędkością odkształcenia 1/s. Przypuszczalnie ma to związek z niejednorodnością składu chemicznego badanego stopu w obrębie wytopu. Postać krzywych naprężenie-odkształcenie wskazuje na możliwość zainicjowania w odkształcanym materiale rekrytalizacji dynamicznej. Wartości odkształcenia krytycznego dla zapoczątkowania tego procesu maleją

ze wzrostem temperatury oraz przy obniżaniu prędkości odkształcenia. Ponieważ zjawisko rekrytalizacji dynamicznej powoduje odbudowę mikrostruktury w trakcie odkształcenia, prowadząc proces wyciskania w takich warunkach, aby we wczesnej jego fazie w materiale zachodziła rekrytalizacja dynamiczna, możemy ograniczyć możliwość inicjowania pęknięć, a tym samym zwiększyć prawdopodobieństwo jego prawidłowego przebiegu.

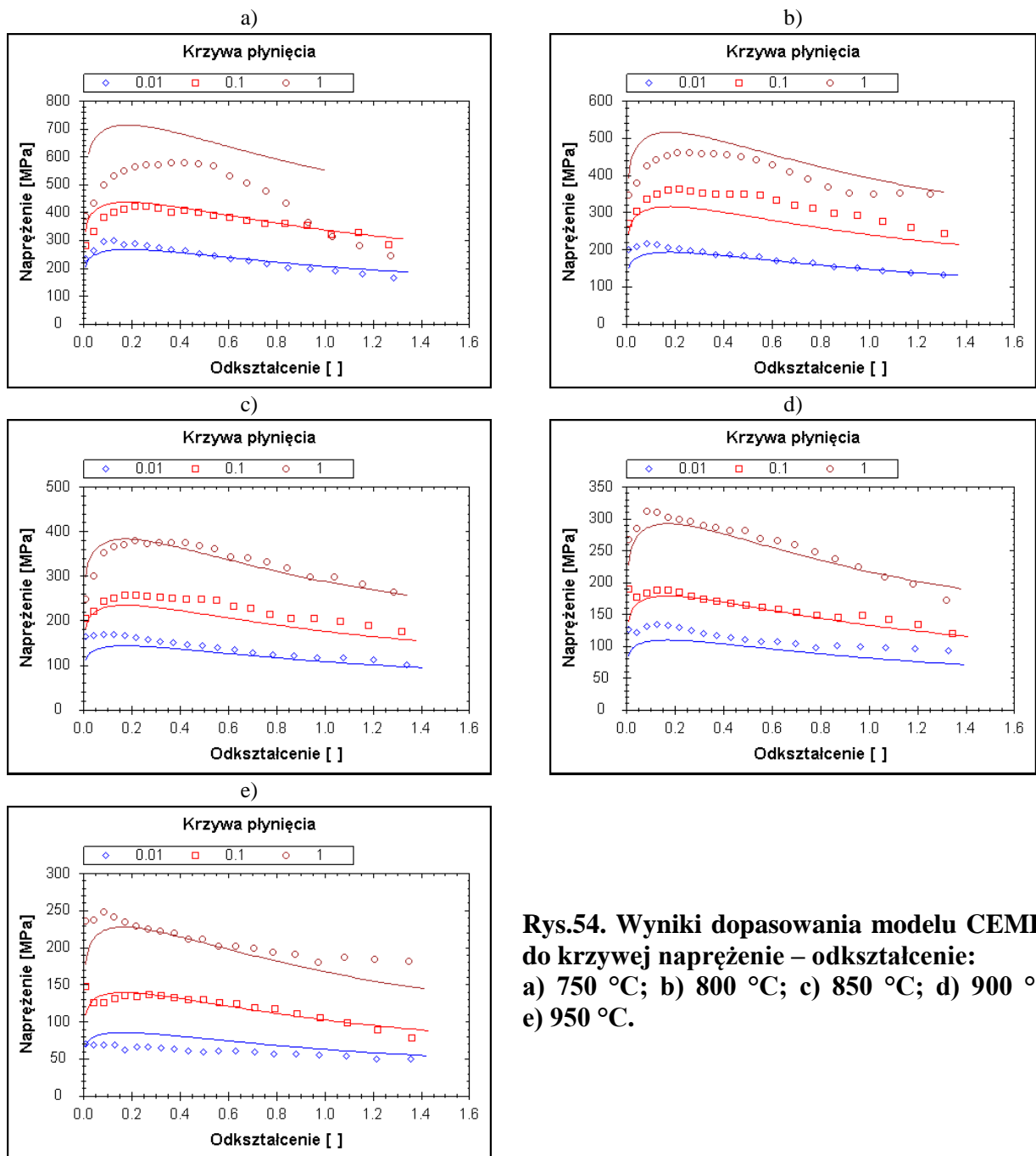
Z analizy odwrotnej zastosowanej do interpretacji wyników badań plastometrycznych uzyskano wartość energii aktywacji $Q=408,74\text{ kJ/mol}$ i wartość współczynnika wrażliwości na prędkość odkształcenia $m=0.188$. Z analizy wyników badań symulacyjnych i w oparciu o równanie (30) wyliczono uśrednioną wartość energii aktywacji procesu odkształcania plastycznego $Q=300,91\text{ kJ/mol}$. Dla porównania energia aktywacji wyznaczona w metodzie skręcania dla stopu o składzie Fe-40Al-5Cr-0,2Mo-0,2-Zr-0,02B na gorąco wynosi 343 kJ/mol [14]. Wartości te są zbliżone i wskazują na poprawność przeprowadzonych obliczeń.

Tabela 7. Wartość współczynników wyznaczonych z prób plastometrycznych dla badanego stopu w modelu CEMEF (równanie 16).

m	n	R_0	K_0	K_{sat}	β_{sat}	β
0.2137	0.1176	1.19535	0.5	0.07864	7959.76	7067.88



Rys.53. Ilustracja procedury dopasowania danych doświadczalnych do krzywej naprężenie – odkształcenie wg modelu CEMEF.



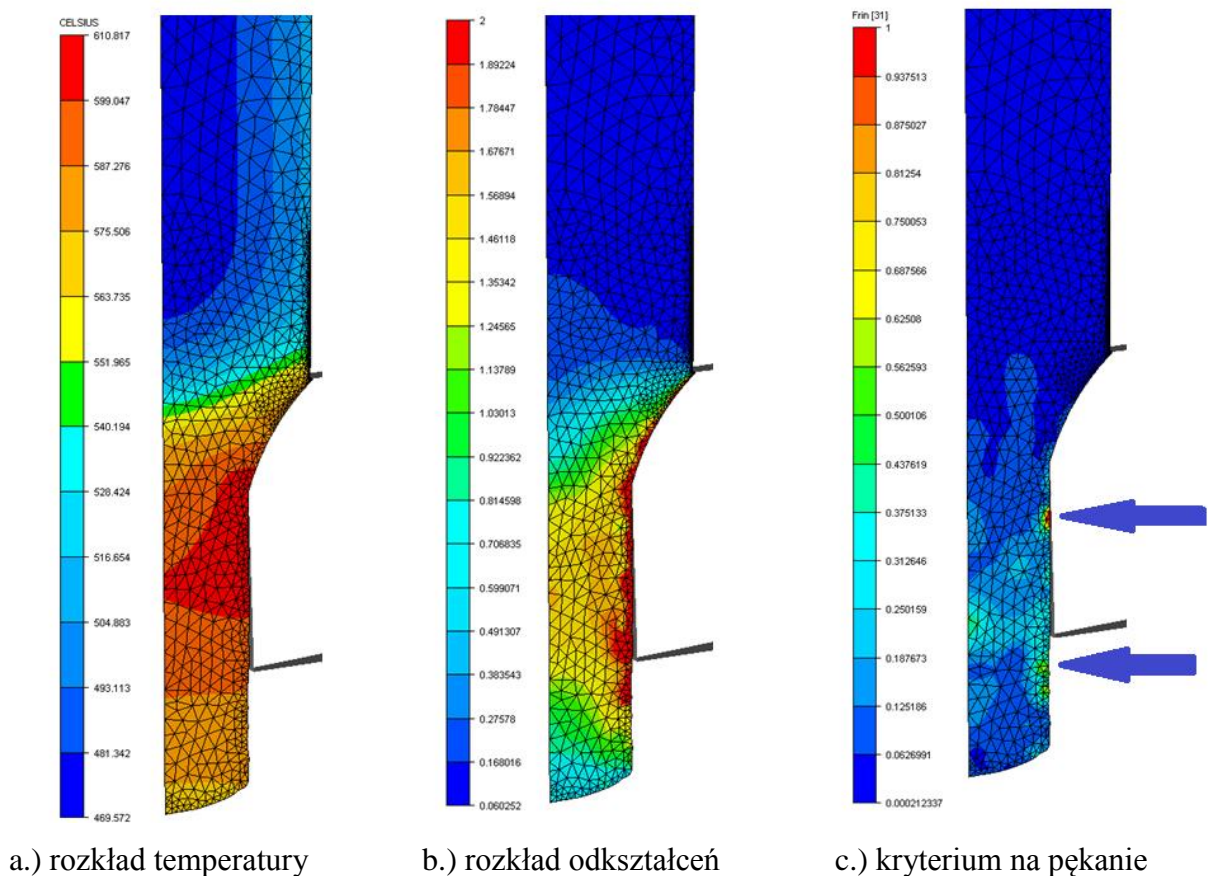
Rys.54. Wyniki dopasowania modelu CEMEF do krzywej napężenie – odkształcenie:
a) 750 °C; b) 800 °C; c) 850 °C; d) 900 °C;
e) 950 °C.

Stosując opracowaną funkcję napężenia uplastyczniającego z badań plastometrycznych przeprowadzono symulacje procesu wyciskania. Symulacje przeprowadzono za pomocą programu FORGE 2D. W celu zamodelowania procesu wyciskania założono następujące warunki początkowe i brzegowe:

- temperatura materiału – 900°C;
- temperatura narzędzi i otoczenia 600°C (proces wyciskania wykonywany jest w piecu);
- prędkość stempla – 3 mm/s;

- zastosowano prawo tarcia Coulumba ze współczynnikami:
 - współczynnik tarcia 0.075;
 - czynnik tarcia 0.15;
- współczynnik wymiany ciepła z otoczeniem 10 W/m²K;
- współczynnik wymiany ciepła z narzędziem 2 000 W/m²K;

Początkowo założono brak odstępu między komorą a matrycą. Na rysunku 55 przedstawiono wyniki symulacji pierwszego procesu wyciskania w postaci rozkładów temperatury, odkształcenia i kryterium pęknięcia w początkowym etapie wyciskania. Symulacja numeryczna procesu wyciskania pokazała, że powierzchnia styku materiału i oczka matrycy (narzędzia) charakteryzuje się maksymalną wartością prawdopodobieństwa wystąpienia pęknięć, scharakteryzowaną za pomocą kryterium pęknięcia. Kryterium pęknięcia ma największe wartości na powierzchni bocznej wyciskanego stopu zaraz po przejściu przez matrycę.

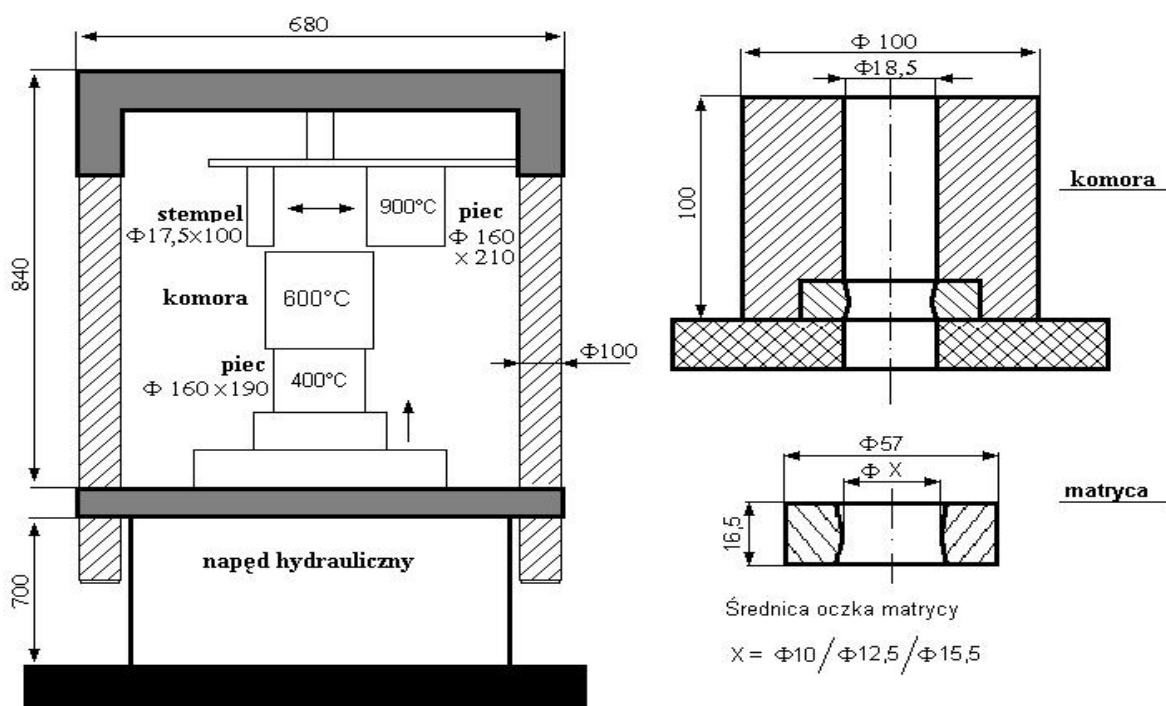


Rys.55. Wyniki modelowania bez odstępu komory od oczka matrycy.

Po przeprowadzeniu symulacji wyciskania i wykonaniu badań metalograficznych badanego materiału przeprowadzono rzeczywisty proces wyciskania. Weryfikacja poprawności założonego modelu została określona w wyniku praktycznej realizacji procesu

współbieżnego, wysokotemperaturowego wyciskania. W celu przeprowadzenia procesu wyciskania przystosowano istniejące urządzenie (prasa hydrauliczna o sile nacisku 120 ton i prędkości ruchu jałowego 3mm/sek.).

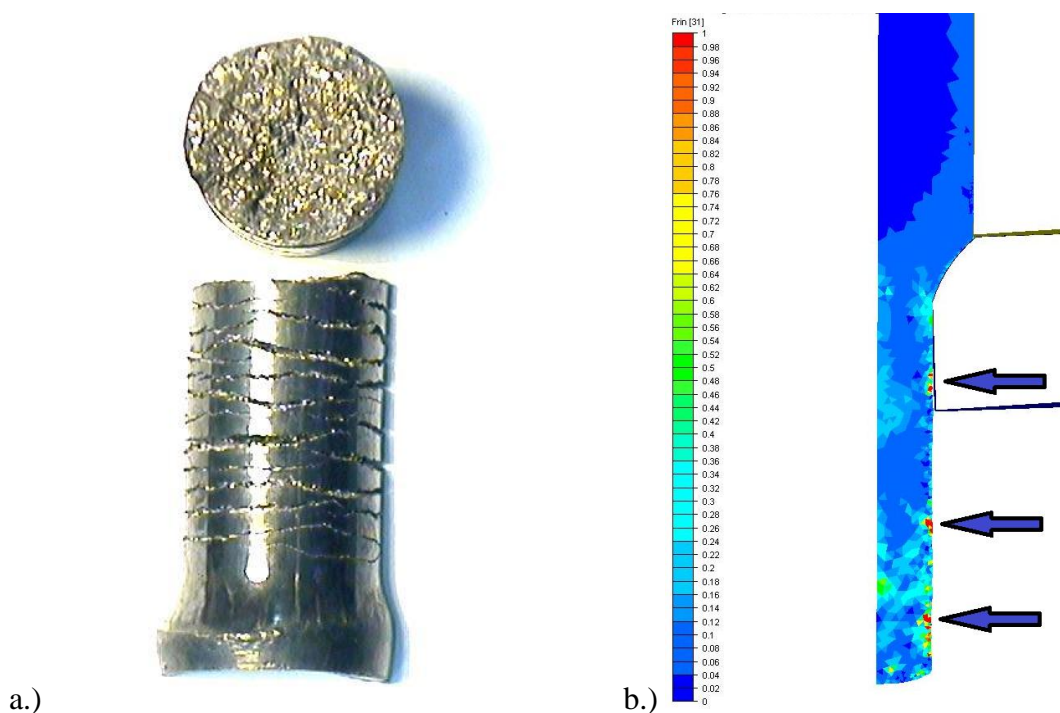
Urządzenie wyposażono w komory piecowe podgrzewające materiał przed wyciskaniem i stabilizujące jego temperaturę po wyciskaniu, w celu ograniczenia zbyt szybkiego chłodzenia (rys.56). Próbkę o wymiarach $\varnothing 18,0 \times 70 \text{ mm}$ podgrzano w piecu do temperatury około 900°C . Proces wyciskania polegał na przemieszczaniu się stempla wzdłuż recypienta (komory), co powoduje wywołanie nacisku powierzchni czołowej tłoka na wyciskany stop. Kształt przekroju poprzecznego wyciskanego stopu uzyskano przez odpowiednio dobraną geometrię otworu matrycy.



Rys.56. Schemat prasy zastosowanej do laboratoryjnej próby wyciskania.

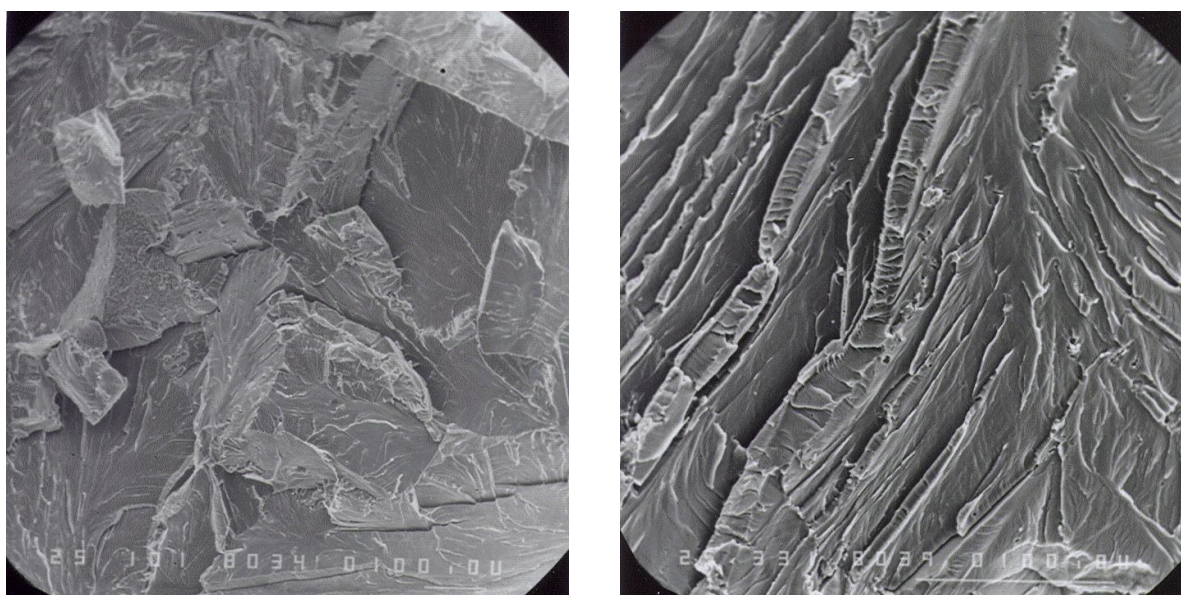
Wstępne próby wyciskania wskazały na nieprawidłowości w przebiegu tego procesu. Na powierzchniach bocznych materiału po wyciskaniu zaobserwowano występowanie dużych obwodowych pęknięć, dyskwalifikujących go całkowicie jako materiał użytkowy. Przykład próbki po wyciskaniu przedstawiono na rysunku 57a. Powstawanie pęknięć jest zbieżne z uzyskanym w wyniku obliczeń rozkładem kryterium pęknięcia (rys.57b). Na rozkładzie opisującym kryterium pęknięcia z rysunku 55c i 57b, występują obszary o czerwonej barwie na powierzchni bocznej wyciskanego stopu zaznaczone strzałkami. Prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięć w tych miejscach jest bliskie jedności. Zdjęcia wyciskanych próbek wykonane za pomocą mikroskopu skaningowego (rys.58) pokazują, że powstałe przełomy

mają charakter transkryystaliczny – łupliwy. Przełom tego typu powstaje w wyniku pęknięcia wzdłuż określonych płaszczyzn krystalograficznych ziarna.



Rys.57. Obraz próbki po wyciskaniu(a) i wykres ilustrujący rozkład wartości kryterium pęknięcia w końcowym etapie wyciskania (b).

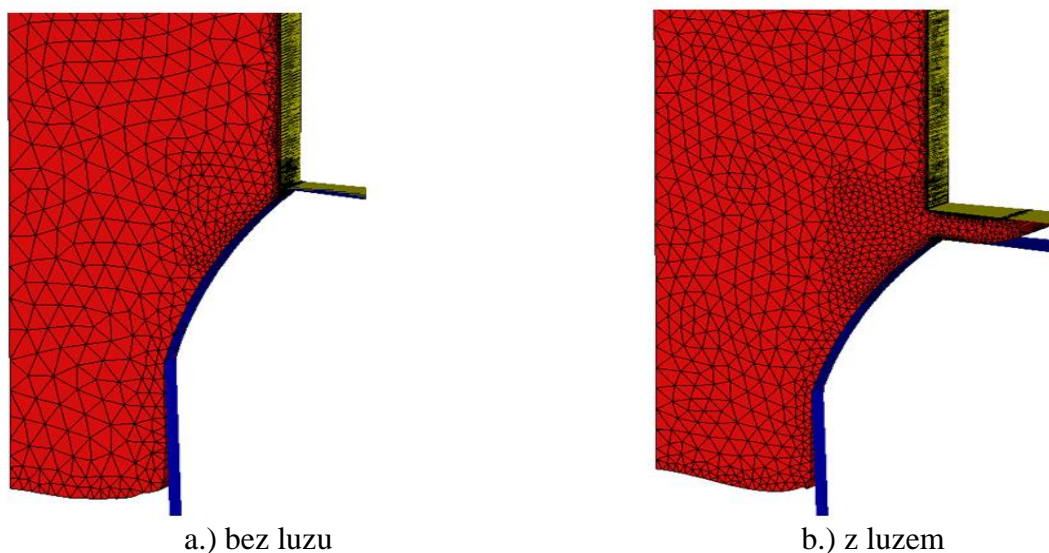
Zdjęcia pokazują, że powierzchnia przełomu posiada charakterystyczne nieciągłości, w postaci uskoków, tworzące tzw. system dorzeczy przecinających się wzajemnie. Występowanie tego typu nieciągłości oznacza, że rozwój pęknięć nie zachodził wzdłuż jednej płaszczyzny krystalicznej, lecz następowała skokowa zmiana płaszczyzny ich propagacji.



Rys.58. Obrazy przełomów wyciskanego stopu wykonane w miejscach pęknięć (SEM).

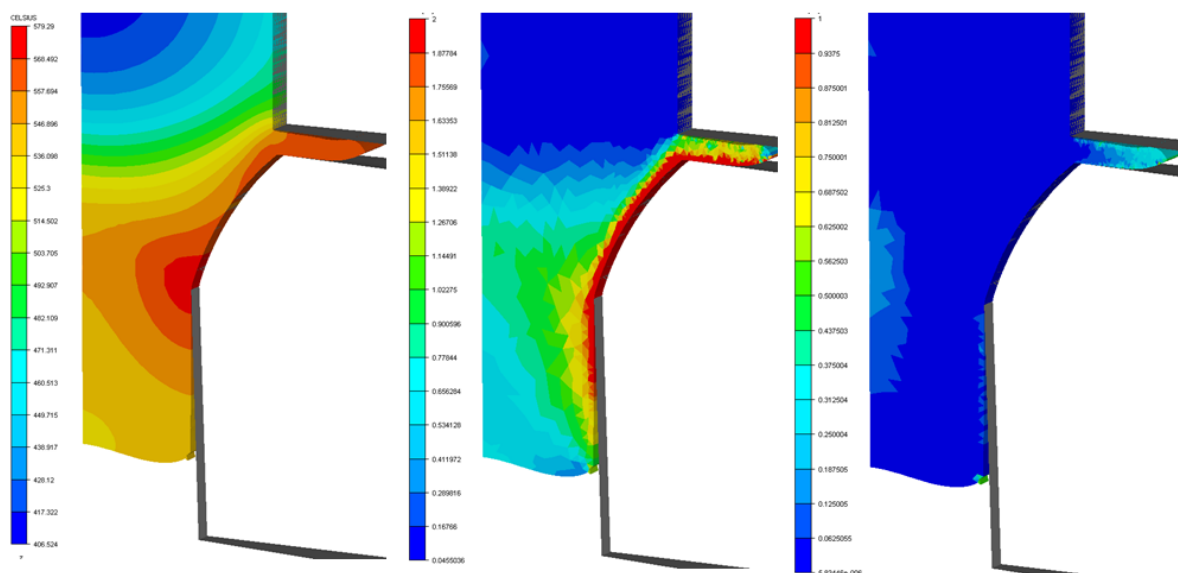
Wyniki prób wyciskania są zbieżne z wynikami przeprowadzonych symulacji numerycznych. Analiza przeprowadzonych prób umożliwiła zmodyfikowanie konstrukcji komory, w której znajduje się oczko matrycy. Zabieg, jaki został wykonany to wprowadzenie dystansu pomiędzy oczkiem matrycy a komorą (rys.59). Ustalono wielkość luzu na około 1mm. Po tak przeprowadzonych modyfikacjach przeprowadzono kolejną symulację numeryczną procesu wyciskania. W wyniku wprowadzonej modyfikacji występująca w trakcie wyciskania martwa strefa, charakterystyczna dla tego procesu, przemieściła się poza obszar wyciskanego materiału, a tym samym płynięcie plastyczne stopu jest bardziej jednorodne, a nadmiarowa ilość materiału wypływa przez powstałą szczelinę. Wartości odkształceń na przekroju gotowego wyrobu zmalały o 25%. Symulacje z wariantem zakładającym odsunięcie oczka matrycy od komory dały w wyniku maksymalne odkształcenia rzędu 1,1, podczas gdy w procesie bez odsunięcia otrzymane wartości odkształcenia wynosiły powyżej 1.4. Pomimo, że w wyniku odsunięcia komory od oczka matrycy został zmniejszony przerób materiału, to jednocześnie znacząco uległo zmniejszeniu kryterium na pękanie. W konsekwencji wyciskany pręt ma gładką, niepopękaną powierzchnię boczną o prawidłowej postaci. Rysunek 59 pokazuje całkowicie odmienny charakter płynięcia podczas wyciskania w układzie z luzem i bez luzu. W sytuacji gdy występuje luz osiowa strefa płynie wolniej, tworząc małą wnękę, natomiast martwa strefa została wypchnięta poza obszar materiału wyciskanego, nie powodując w konsekwencji powstawania pęknięć obwodowych.

Wyniki przeprowadzonych symulacji przeróbki plastycznej (wyciskania) pozwoliły na wysunięcie wniosku, że powstająca wypływka korzystnie wpływa na przebieg procesu wyciskania. Znacznemu zmniejszeniu uległy wartości odkształcenia na powierzchniach bocznych wyciskanego materiału. Ponadto rozkład tych parametrów w objętości wyciskanego materiału jest bardziej jednorodny, a tym samym proces wyciskania przebiegać powinien prawidłowo.



Rys.59. Charakter płynięcia wyciskanego stopu w zależności od sposobu konstrukcji mocowania matrycy.

Zastosowana modyfikacja najkorzystniej wpłynęła na kryterium pęknięcia. W poprawionej konstrukcji matrycy nie uzyskano wartości kryterium pęknięcia, tak wysokich jak w poprzednich symulacjach (rys.60). Korzystając z wyników poprzednich prób oraz analizując wyniki symulacji przyjęto, że na powierzchni bocznej wyciskanego materiału zjawisko pęknięcia nie powinno wystąpić.



a.) rozkład temperatury

b.) rozkład odkształceń

c.) kryterium na pęknięcie

Rys.60. Wyniki modelowania z zastosowaniem dystansu pomiędzy komorą a oczkiem matrycy.

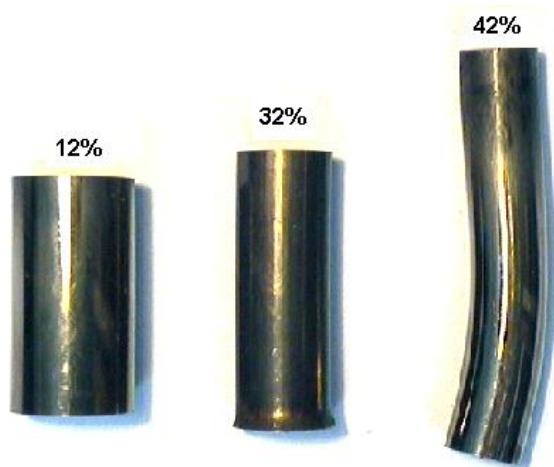
Po przeprowadzonych modyfikacjach konstrukcji matrycy wykonano kolejne próby wyciskania. Próby te przebiegły pomyślnie. Zdjęcia próbek po procesie wyciskania przedstawiono na rysunku 61. Podczas wyciskania zastosowano trzy matryce o różnej średnicy oczka (tabela 8). Każdorazowo próbka wyjściowa przed wyciskaniem miała taką samą średnicę, zmniejszano natomiast średnicę oczka matrycy. Zastosowano trzy stopnie odkształcenia materiału wyciskanego – 12%, 32% i 42% (tabela.8).

Tabela 8. Zestawienie ukazujące stopnie odkształcenia wyciskanego stopu.

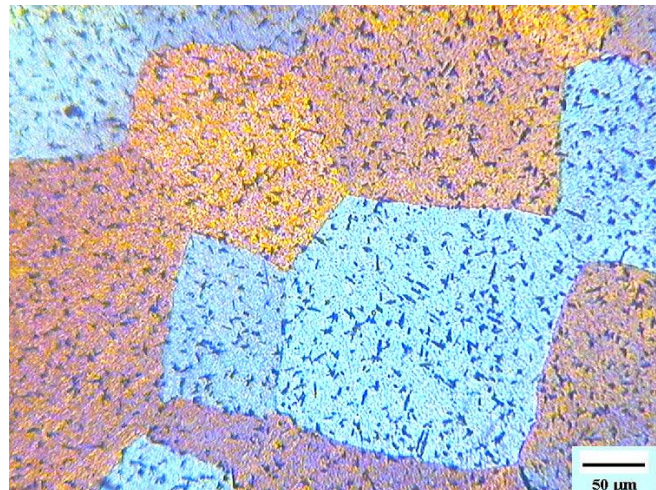
Lp.	d_0 [mm]	d_k [mm]	Z [%]	Nacisk [kN]
1	17,5	15,4	12,00	220
2	17,5	12,0	31,43	350
3	17,5	10,0	42,86	400

Badania metalograficzne wyciskanego materiału wykazały, że stop po tak przeprowadzonej przeróbce plastycznej podlega całkowitej rekrytalizacji.

a.)



b.)



Rys.61. Widok próbek po przeróbce plastycznej wyciskania (a) oraz struktura otrzymana po wyciskaniu z zastosowaniem stopniu odkształcenia 42% (b).

Struktura materiału po wyciskaniu charakteryzuje się równoosiowymi ziarnami o kształtach granic zbliżonych do równowagowych. W wyniku przeprowadzonej przeróbki plastycznej usunięty został dendrytyczny charakter struktury oraz uzyskano rozdrobnienie ziaren. Średnia wielkość ziarna uzyskana w badanych próbkach wyniosła 80,3μm, podczas gdy w stanie wyjściowym średnia wielkość ziarna wynosiła 120 μm.

8. Dyskusja wyników

Stop Fe 40Al-5Cr-0,1Zr-0,02B odlany i obrobiony cieplnie, użyty w badaniach był materiałem jednofazowym, o uporządkowanej strukturze typu B2. Nie stwierdzono obecności w strukturze materiału badań żadnych dodatkowych faz, w szczególności zawierających chrom. Wskazują na to wyniki rentgenowskiej analizy fazowej (rysunek 21, tabela 4) oraz badania przeprowadzone metodą mikroanalizy rentgenowskiej EDS (rysunek 22). Dyfraktogram rentgenowski uzyskany dla materiału badań wykazuje obecność silnych refleksów o nieparzystej sumie wskaźników hkl – charakterystycznych dla nadstruktur. Dane literaturowe potwierdzają, że właściwości mechaniczne stopów Fe–Al istotnie zmieniają się w zależności od składu chemicznego, warunków odlewania i historii materiału.

Wielkość ziaren badanego materiału w stanie wyjściowym przedstawiona na rysunku 31 jest zróżnicowana. Obok ziaren dużych, występują ziarna bardzo drobne. Ziarna małe obserwuje się głównie na obrzeżach wlewka. Morfologia ziaren, niezależnie od lokalizacji, wykazuje cechy struktury blokowej (ziarna składają się z subziaren). Taki typ struktury jest wynikiem procesów krystalizacji dendrytycznej wlewka i przeprowadzonej obróbki cieplnej. Analiza obrazów mikrostruktury otrzymanej w wyniku odkształcenia badanego stopu w temperaturze 750°C pokazała, że próbki podlegają tylko częściowej rekrytalizacji dynamicznej (rysunek 32, 33, 34). Potwierdza to kształt krzywych naprężenie – odkształcenie (rysunek 24) i zdjęcia mikrostruktury dyslokacyjnej (rysunek 50). Ze wzrostem temperatury odkształcania, proces rekrytalizacji dynamicznej zachodził z większą prędkością. Nowe ziarna tworzą się głównie na granicach pierwotnych ziaren i w pasmach zlokalizowanego odkształcenia plastycznego. Przyczyną tworzenia się pasmowej struktury poniżej temperatury 900°C złożonej z nowo utworzonych ziaren jest dziedziczenie kształtu pierwotnych silnie wydłużonych ziaren. Początkowo zrekrystalizowane ziarna ujawniają się jako wydłużone skupiska o niewielkich rozmiarach, składające się z drobnych ziarenek o kształtach zbliżonych do równoosiowych. W temperaturze 850°C obszary zrekrystalizowane występują nie tylko na granicach ziaren, lecz również wewnątrz ziaren pierwotnych. Dalszy wzrost temperatury odkształcania powoduje wzrost prędkości postępu procesu rekrytalizacji dynamicznej, w wyniku czego obejmuje ona większy obszar materiału w porównaniu do niższych temperatur, przy tych samych warunkach odkształcenia. Potwierdza to również kształt krzywych naprężenie – odkształcenie, po osiągnięciu maksymalnej wartości naprężenia i przekroczeniu krytycznego naprężenia, następuje spadek naprężenia, co wskazuje na zajście rekrytalizacji dynamicznej (rysunek 24). W najwyższych temperaturach odkształcania (900°C – 950°C) występują duże różnice w wielkości zrekrystalizowanych

ziaren. Ziarna zrekrystalizowane występują zarówno na granicach pierwotnych ziaren, jak również w ich wnętrzu (rysunek 42). Są one równoosiowe o kształtach granic zbliżonych do równowagowych. W obszarach podlegających rekrytalizacji, obserwuje się duże ziarna, które uległy rozrostowi, jak również skupiska drobnych ziaren.

Stop w stanie odlanym wykazywał mikrotwardość 260HV. Stan ten przyjęto jako odniesienie dla pomiarów mikrotwardości przeprowadzonych na próbkach odkształconych. W wyniku zastosowania odkształcenia występował wzrost wartości mikrotwardości badanego stopu. Mikrotwardość silnie zależała od temperatury odkształcenia; im niższa temperatura odkształcenia tym wyższe wartości mikrotwardości. Przy wyższych prędkościach odkształcenia obserwowano większe zróżnicowanie mikrotwardości. Po odkształceniu materiału w najwyższych temperaturach mikrotwardość obszarów zrekrystalizowanych zbliża się do wartości wyjściowego stopu. Otrzymano w tym przypadku wartość mikrotwardości około 280HV. Prawidłowości te są spójne ze zmianami zachodzącymi w mikrostrukturze materiału. Stosując metodę metalografii ilościowej określono udział powierzchniowy obszarów zrekrystalizowanych. Stopień zrekrystalizowania stopu zależy od temperatury, prędkości odkształcenia i stopnia odkształcenia. Udział powierzchni obszarów zrekrystalizowanych rośnie ze wzrostem temperatury oraz ze spadkiem prędkości odkształcenia. W najniższej temperaturze odkształcenia (750-800°C) i przy najwyższych prędkościach odkształcenia, powierzchniowy udział obszarów po rekrytalizacji nie przekraczał 20%. W najwyższych temperaturach odkształcenia ($\geq 900^{\circ}\text{C}$) i po zastosowaniu najniższej prędkości odkształcenia ($0,01\text{s}^{-1}$) udział powierzchniowy obszarów po rekrytalizacji w próbkach badanego stopu wynosił około 80% (rysunek 46). Średnia wielkość ziarna po zajściu rekrytalizacji słabo zależała od temperatury i podczas odkształcenia niskotemperaturowego mieściła się w przedziale do $15\mu\text{m}$. Natomiast w wyższych temperaturach (850-900°C) i najniższych prędkościach odkształcenia (rysunek 47) wystąpił nieznaczny wzrost wielkości ziarna po rekrytalizacji dynamicznej do wartości około $20\mu\text{m}$. Badania zmian mikrotwardości pozwoliły potwierdzić zakres optymalnych parametrów przeróbki plastycznej.

Przeprowadzone badania pozwoliły sformułować wniosek, że przeprowadzenie procesu wyciskania w temperaturach powyżej temperatury 900°C i przy odpowiednio niskich prędkościach odkształcenia pozwoli na uzyskanie materiału o rozdrobnionej strukturze, a jednocześnie charakteryzującego się korzystniejszymi właściwościami mechanicznymi w porównaniu do stanu po odlaniu.

Symulacje numeryczne procesu wyciskania potwierdziły możliwość przeprowadzenia przeróbki plastycznej badanego stopu po zastosowanych modyfikacjach konstrukcji matrycy.

Pomimo wysokich wartości kryterium pękania (rysunek 55) uzyskanych na powierzchni bocznej materiału wyciskanego przeprowadzono proces wyciskania. W wyniku przeprowadzonej próby wyciskania na powierzchniach bocznych materiału wystąpiły obwodowe pęknięcia potwierdzające symulację i wykazujące, że proces wyciskania zachodzi nieprawidłowo (rys. 57). Wprowadzenie modyfikacji konstrukcji w postaci luzu między matrycą a recypientem doprowadziło do uzyskania mniejszej koncentracji odkształcenia w newralgicznym obszarze materiału, co ma bezpośredni wpływ na inicjację pęknięć (rys. 59). Powstanie wypływkę przewidziane w wyniku symulacji numerycznej podczas wyciskania spowodowało zmianę charakteru płynięcia wyciskanego stopu. Powstająca w trakcie wyciskania materiału „martwa strefa” dzięki wprowadzeniu dystansu przesunęła się w głąb wyciskanego materiału, spowodowało to również jej rozszerzenie, przez co uzyskano niskie wartości kryterium pękania (rys. 60). Po zmianach konstrukcyjnych matrycy, zasugerowanych w wyniku przeprowadzonych obliczeń, przeprowadzono proces wyciskania, który przebiegał prawidłowo. Stop po wyciskaniu charakteryzował się zrekrystalizowaną strukturą. Średnia wielkość ziarna stopu po wyciskaniu wynosiła 80 μm (rys. 61). Zatem struktura stopu w wyniku przeróbki plastycznej uległa rozdrobnieniu – wielkość ziarna zmalała o 30% w stosunku do wielkości ziarna w materiale wyjściowym. Ponadto struktura po wyciskaniu charakteryzowała się równoosiowymi ziarnami o granicach zbliżonych kształtem do kształtów równowagowych. Proces wyciskania całkowicie wyeliminował z materiału pierwotną – dendrytyczną mikrostrukturę (rys. 61).

9. WNIOSKI

1. Mikrostruktura stopu $\text{Fe}_{40}\text{-Al}_{-5}\text{Cr}_{-0.2}\text{Zr}_{-0.02}\text{B}(\% \text{at.})$ w trakcie wysokotemperaturowego odkształcenia kształtowana jest przez procesy zdrowienia dynamicznego i rekrytalizacji dynamicznej. Poniżej temperatury 800°C rekrytalizacja dynamiczna zachodzi bardzo wolno. Z tego powodu, po odkształceniu mikrostruktura jest częściowo zrekrystalizowana. Najkorzystniejsze warunki do zajścia rekrytalizacji dynamicznej występują powyżej 900°C i po zastosowaniu małych prędkości odkształcania.
2. Zarodki rekrytalizacji dynamicznej w badanym stopie FeAl tworzą się głównie na granicach pierwotnych ziaren i w pasmach zlokalizowanego odkształcenia plastycznego powstałych w wyniku odkształcania plastycznego.
3. Płynięcie plastyczne badanego stopu i kinetykę rekrytalizacji można scharakteryzować za pomocą parametru Zener-Hollomana. Optymalne warunki przeróbki plastycznej występują dla wartości logarytmu parametru Z w zakresie $24 \div 28$. W podanym zakresie parametru Z możliwa jest przeróbka plastyczna badanego stopu z zastosowaniem dużych odkształceń.
4. Matematyczna analiza krzywych naprężenie – odkształcenie oraz interpretacja przeprowadzonych symulacji przeróbki plastycznej pozwoliła na opracowanie technologii procesu wyciskania, jak również zaprojektowania matrycy odpowiedniej dla zrealizowania tego procesu. W wyniku przeprowadzonych badań zaprojektowano proces wyciskania badanego intermetalika.
5. W wyniku przeprowadzenia próby wyciskania za pomocą zmodyfikowanej konstrukcji matrycy uzyskano materiał nie zawierający nieciągłości (pęknięć) o korzystnej – rozdrobnionej mikrostrukturze. Proces wyciskania jest zatem potencjalną metodą przeróbki plastycznej badanego stopu FeAl .
6. Proces wyciskania, jak również geometrię matrycy, zaprojektowano w oparciu o znajomość reologii badanego materiału, jak również przeprowadzone symulacje numeryczne. Potwierdza to słuszność postawionej tezy pracy.

10. Literatura:

- [1] J.C.M Li, C.T Liu, Scripta Metall., Vol.33, 1995, 661.
- [2] N.S. Stoloff, Mat. Sc. Eng., A258, 1998, 1.
- [3] R.W. Cahn, J.A. Coll, Acta Metall., 9, 1961, 473.
- [4] J.H. Westbrook, J. Inst. Of Metals, 91, 1963, 174.
- [5] J.H. Westbrook, The Source of Strength and Brittles in Intermetallics Compounds in Proc. High Strength Materials. Ed. V.F. Zachay, J. Wiley & Sons, 1965.
- [6] J.H. Westbrook, Mat. Trans., 8A, 1977, 1327.
- [7] I. Baker, D.J. Gaydosh, Metallography, 20, 1987, 347.
- [8] I. Baker, Mat.Sc. Eng., A192, 1995, 1.
- [9] P.R. Munroe, I. Baker, J. Mater. Sci., 24, 1989, 4246.
- [10] D.G. Morris, S.C. Deevi, V.K. Sikka, P.J. Maziasz, R.W. Cahn, International Symposium on Nickel and Iron Aluminides, ASM International, Materials Park, 1997, 73.
- [11] .G. Morris, S.C. Deevi, Mat. Sc. Eng., A329, 2002, 573.
- [12] R. Imayev, E. Evangelista, Mat. Sc. Eng., A202, 1995, 128.
- [13] S.C. Deevi, V.K. Sikka, Intermetallics, 4, 1996, 357.
- [14] M. Kupka, Struktura i właściwości stopów na osnowie fazy FeAl otrzymanego w procesach metalurgicznych, Wydawnictwo Uniwersytet Śląski, Katowice, 2005.
- [15] C.T. Liu, E.P. George, P.J. Maziasz, Mat. Sc. Eng., A258, 1998, 84.
- [16] J. Bystrzycki, Niekonwencjonalne metody kształtowania struktury i własności stopów na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl, Wydawnictwo WAT, Warszawa, 2004.
- [17] M. Kupka, Intermetallics, 12, 2004, 295.
- [18] I. Baker, Itermetallics, 8, 2000, 1183.
- [19] Y. Yang, I. Baker, Scripta Metall., 34, 1996, 803.
- [20] K. Vedula, J.R. Stephens, Metal Powder Report 42 (1987), 84.
- [21] K. Yoshimi, S. Hanada, M.H. Yoo, Intermetallics, 4, 1996, 159.
- [22] V.K. Sikka, High-temperature Ordered Intermetallics Alloys IV. MPR Symp. Proc. vol. 133, Pittsburgh 1991, 907.
- [23] T.B. Massalski, Binary Alloy Phase Diagrams Materials. ASM International Materials Information Society 1990, 112.
- [24] O. Ikeda, I. Ohnuma, R. Kainuma, K. Ishida, Intermetallics, 9, 2001, 755.
- [25] J.L. Jordan, S.C. Deevi, Intermetallics, 11 2003, 507.
- [26] I. Baker, Mat. Sc. Eng., A192/193, 1995, 1.
- [27] W.W. Zheng, W.Y. Yang, Z.Q. Sun, Mat. Sc. Eng., A299, 2001, 46.
- [28] J. Barcik, N. Nieśpiałowski, M. Prewendowski, Inżynieria Materiałowa, 6, 2003, 768.

- [29] B.V. Reddy, S.C. Deevi, *Intermetallics*, 8, 2000, 1369.
- [30] D.G. Morris, S. Gunther, *Mat. Sc. Eng.*, A208, 1996, 7.
- [31] D.G. Morris, S. Gunther, *Mat. Sc. Eng.*, A211, 1996, 23.
- [32] D.G. Morris, S. Gunther, C. Briguier, *Scripta Materialia*, Vol 37, 1997, 71.
- [33] D.G. Morris, J. Chao, C. Garcia, M.A. Muñoz-Morris, *Mat. Sc. Eng.*, A339, 2003, 232.
- [34] J. D. Whittenberger, *Mat. Sc. Eng.*, 57, 1983, 77.
- [35] T. Sleboda, J. Kane, R.N. Wright, N.S. Stoloff, *Mat. Sc. Eng.*, A368, 2004, 332.
- [36] J. Barcik, M. Kupka, *Fizyka i Chemia Metali*, 13, 1994, 180.
- [37] D. Lin, Y. Liu, *Mat. Sc. Eng.*, A268, 1999, 83.
- [38] Y. Liu, D. Li, D. Lin, *Scripta Materialia*, Vol 34, 1996, 1095.
- [39] D. Li, A. Shan, Y. Li, D. Lin, *Scripta Materialia*, Vol 33, 1995, 681.
- [40] D. Lin, D. Li, Y. Li, *Intermetallics*, 6, 1998, 243.
- [41] D. Li, D. Lin, *Scripta Materialia*, Vol 36, 1997, 1289.
- [42] D. Li, D. Lin, Y. Liu, *Mat. Sc. Eng.*, A249, 1998, 206.
- [43] L. Pang, K.S. Kumar, *Intermetallics*, 8, 2000, 157.
- [44] L. Pang, K.S. Kumar, *Acta Mater.*, 49, 2001, 2215.
- [45] L. Pang, K.S. Kumar, *Acta Mater.*, 46, 1998, 4017.
- [46] L. Pang, S.M. Han, K.S. Kumar, *Acta Mater.*, 50, 2002, 3623.
- [47] J. Bystrzycki, *Intermetallics*, 8, 2000, 89.
- [48] J. Bystrzycki, R.A. Varin, *Scripta Materialia*, Vol 38, 1998, 465.
- [49] J. Bystrzycki, *Inżynieria Materiałowa*, 4-5, 2003, 160.
- [50] J. Bystrzycki, R.A. Varin, *Mat. Sc. Eng.*, A270, 1999, 151.
- [51] J. Bystrzycki, R.A. Varin, J. Paszula, *Proceedings of the International Symposium on Advances in Industrial Materials*, Calgary, Canada, 1998, 242.
- [52] J. Bystrzycki, J. Paszula, R.A. Varin, *Mat. Sc. Eng.*, A239, 1997, 546.
- [53] J. Bystrzycki, R.A. Varin, M. Nowell, K.J. Kurzydłowski, *Intermetallics*, 8, 2000, 1049.
- [54] O. Calone, A. Fraczkiecz, F. Louchet, *Scripta Materialia*, Vol 43, 2000, 69.
- [55] L. M. Pike, C.T. Liu, *Intermetallics*, 8, 2000, 1413.
- [56] D. G. Morris, M.A. Morris, *Mat. Sc. Eng.*, A239, 1997, 23.
- [57] M. Kogachi, T. Haraguchi, *Mater. Sci. Eng.* A312, 2001 189.
- [58] J. H. Schneibel, L. M. Pike, *Intermetallics* 12, 2004, 85.
- [59] L. Błaż, *Dynamiczne procesy strukturalne w metalach i stopach*, Wydawnictwo AGH, Kraków, 1998.
- [60] L.A. Dobrzański, *Metaloznawstwo z podstawami nauki o materiałach*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1999.
- [61] M. Luton, C. M. Sellars, *Acta Mater.*, 17, 1969, 1033.

- [62] C.M. Sellars :Annealing Processes – Recovery, Recrystallization and Grain Growth - prace 7th RISØ International Symposium Roskilde, Dania, 1986, 535.
- [63] D. Ponge, G. Gottstein, Acta Mater., 46, 1998, 69.
- [64] T. Sakai, J. Jonas, Acta Met., 32, 1984, 189.
- [65] D.G. Morris, M.A. Morris-Munoz, Intermetallics, 7, 1999, 1121.
- [66] D.G. Morris, M.A. Morris-Munoz, Intermetallics, 8, 2000, 997.
- [67] D.G. Morris, M. Leboeuf, Acta Metall. Mater., 42, 1994, 1817.
- [68] R.S. Sundar, S.C. Deevi, Mat.Sc.Eng.A357, 2003, 124.
- [69] W.J. Zhang, R.S. Sundar, S.C. Deevi, Intermetallics 12, 2004, 893.
- [70] P. J. Maziasz, D. J. Alexander, J. L. Wright, Intermetallics, 5, 1997, 547.
- [71] D. J. Alexander, P. J. Maziasz, J. L. Wright, Mat. Sc. Eng., A258, 1998, 276.
- [72] D.H. Sastry, Y.V.R.K. Prasad, S.C. Deevi, Mat.Sc.Eng.A299, 2001, 157.
- [73] D.H. Sastry, Y.V.R.K. Prasad, S.C. Deevi, Intermetallics, 8, 2000, 1067.
- [74] R.S Sundar, R.G. Baligidad, Y.V.R.K. Prasad, D.H. Sastry, Mat.Sc.Eng.A258, 1998, 219.
- [75] M.A. Montealegre, J.L. Gonzalez-Carrasco, Intermetallics, 11 2003, 169.
- [76] T. Kondek, D. Szeliga, M. Pietrzyk, Materiały X Jubileuszowej Konferencji Informatyka w Technologii Metali, Kraków, 2003, 207.
- [77] D.Szyndler, Problem odwrotny w zastosowaniu do identyfikacji parametrów procesów plastycznej przeróbki metali, Praca doktorska, AGH, Kraków, 2001.
- [78] M. Pietrzyk, J.G. Lenard, Thermal Mechanics Modeling of the Flat Rolling Process, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1991.
- [79] C. Roucoules, M. Pietrzyk, P.D. Hodgson, Mat. Sc. Eng., A339, 2003, 1.
- [80] A. Gavras, E. Massoni, J.L. Chenot, An Inverse Analysis Using a Finite Element Model for Identification of Rheological Parameters, Journal of Materials Processing Technology, 60, 1996, s. 447-454.
- [81] Z. Bojarski, E. Łągiewka, Rentgenowska analiza strukturalna, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, 1995.
- [82] M. Kupka, N. Nieśpiałowski, XVIth Physical Metallurgy and Materials Science Conference “Advanced Materials & Technologies”, AMT’2001, Gdańsk-Jurata, Inżynieria Materiałowa, 4, 2001, 514.
- [83] N.Nieśpiałowski, Praca doktorska, Uniwersytet Śląski, 2005.
- [84] B. K. Kad, J. A. Horton, Mat. Sc. Eng., A239, 1997, 118.